



LIGAÇÃO POR DIFUSÃO DISSIMILAR DE LIGAS DE TITÂNIO ASSISTIDA POR MULTICAMADAS DE Ni/Al

GUSTAVO ALEXANDRE GONÇALO DE BRITO

DISSERTAÇÃO DE MESTRADO REALIZADA NO ÂMBITO DO MESTRADO INTEGRADO EM
ENGENHARIA METALÚRGICA E DE MATERIAIS

ORIENTADORA

PROFESSORA SÓNIA LUÍSA DOS SANTOS SIMÕES

CO-ORIENTADORA

DOUTORA ANA SOFIA RAMOS

Porto, junho de 2017

CANDIDATO Gustavo Alexandre Gonalo de Brito

Código 201200751

TÍTULO Ligação por difusão dissimilar de ligas de titânio assistida por multicamadas Ni/Al

DATA 14 de julho de 2017

LOCAL Faculdade de Engenharia da Universidade do Porto - Sala F103 - 11:30h

| | | | |
|-------------|-------------------|----------------------------------|-----------|
| <i>JURÍ</i> | <i>Presidente</i> | Manuel Fernando Gonçalves Vieira | DEMM/FEUP |
|-------------|-------------------|----------------------------------|-----------|

| | | | |
|--|-----------------|--|----------|
| | <i>Arguente</i> | Professor Doutor Aníbal José Reis Guedes | DEM/EEUM |
|--|-----------------|--|----------|

| | | | |
|--|--------------------|--|-----------|
| | <i>Orientadora</i> | Professora Doutora Sónia Luísa dos Santos Simões | DEMM/FEUP |
|--|--------------------|--|-----------|

| | | | |
|--|-----------------------|-------------------------|---------|
| | <i>Co-orientadora</i> | Doutora Ana Sofia Ramos | CEMMPRE |
|--|-----------------------|-------------------------|---------|

Agradecimentos

Primeiro de tudo gostaria de agradecer à Professora Doutora Sónia Simões do DEMM/FEUP, por toda a sua disponibilidade, acompanhamento, sugestões valiosas, compreensão e orientação durante a elaboração deste trabalho.

Agradeço também ao Departamento de Engenharia Metalúrgica e de Materiais, por disponibilizar todo o equipamento necessário à realização do processamento de ligações e ao Centro de Engenharia Mecânica, Materiais e Processos (CEMMPRE) pelo fornecimento dos filmes multicamada de Ni/Al.

Outros agradecimentos:

- À Professora Doutora Filomena Viana do DEMM/FEUP e ao doutorando Omid Emadinia, pela disponibilidade e ajuda prestada durante o processamento de algumas ligações;
- À Doutora Ana Sofia Ramos, pelas sugestões feitas ao longo deste trabalho;
- Ao CEMUP pelos meios disponibilizados que permitiram a realização desta dissertação;
- Aos meus familiares incluindo os meus pais, o meu irmão e o meu primo por todo o apoio que me deram nos bons e nos maus momentos durante estes 5 anos, especialmente nestes últimos 6 meses;
- À minha namorada, pela motivação, otimismo e pela paciência demonstrada ao longo destes meses;
- E em último mas não menos importante, a todos os meus amigos da faculdade e do secundário.

A todos o meu sincero obrigado!

Resumo

Este trabalho incidiu no desenvolvimento e estudo de ligações dissimilares realizadas pelo processo de ligação por difusão no estado sólido entre ligas de titânio, recorrendo a multicamadas reativas. A técnica de ligação por difusão no estado sólido é uma técnica que tem sido usada para ligar ligas de titânio, uma vez que não envolve a fusão dos materiais de base e por isso não induz grandes tensões residuais. Apesar disto, é ainda uma técnica que requer condições de processamento exigentes para se obter uniões com boas propriedades mecânicas. As multicamadas reativas podem ser usadas para assistir este processo, permitindo a utilização de condições de processamento menos exigentes. Isto acontece porque as camadas alternadas de dois materiais distintos reagem exotermicamente, proporcionando uma libertação de calor e também devido ao carácter nanocristalino das multicamadas que permite aumentar a difusidade e a reatividade da interface.

Neste trabalho foram utilizadas multicamadas nanométricas de Ni/Al com 25 nm de período (espessura da bicamada). As ligações dissimilares efetuadas foram as seguintes: TiAl a Ti6Al4V; TiAl a TiNi; Ti6Al4V a TiNi. Neste estudo foram avaliadas as seguintes condições de processamento: temperatura de 800 °C, com pressões entre 20 e 40 MPa e tempo de estágio entre 60 e 180 minutos. A caracterização microestrutural foi realizada recorrendo a microscopia ótica, microscopia eletrónica de varrimento e espectroscopia de dispersão de energia. A caracterização mecânica foi avaliada através de ensaios de microdureza Vickers.

O objetivo principal deste estudo consistiu em diminuir as condições de processamento já reportadas em ligações convencionais. Os melhores resultados foram obtidos para a ligação entre as ligas de TiAl e Ti6Al4V com as condições de 800 °C/40 MPa/60 min e para a ligação entre TiNi e Ti6Al4V com as condições de 800 °C/20 MPa/60 min. A ligação entre ligas de TiAl e TiNi não foi tão bem sucedida porque se verificou alguma porosidade e fissuras perto da linha de ligação. Para todas as ligações realizadas constatou-se que a zona mais central da interface é composta pelas fases (Ni₃Al) + NiAl.

Palavras-chave: ligação por difusão, multicamadas reativas, ligas de titânio.

Abstract

This work focused on the development and study of dissimilar bonds carried out by the solid state diffusion process with titanium alloys, using reactive multilayers. The solid state diffusion bonding is a technique that has been used to bond titanium alloys since it does not involve the melting of the base materials and also does not induce large residual stresses. In spite of this, it is still a technique that requires high processing conditions to obtain joints with good mechanical characteristics. Reactive multilayers can be used to assist this process, allowing less demanding processing conditions. This happens because the alternating layers of two distinct materials react exothermically, providing a release of heat and also because of the nanocrystalline structure of the multilayers that allows an increase on the diffusivity and reactivity at the interface.

In this work, nanometric multilayers of Ni/Al with 25 nm period (bilayer thickness) were used. The dissimilar bonds were as follows: TiAl to Ti6Al4V; TiAl to TiNi; Ti6Al4V to TiNi. In this study, the following processing conditions were evaluated: temperature was 800 °C, the pressure varied between 20 and 40 MPa and the bonding time differed between 60 and 180 minutes. Microstructural characterization was performed by optical microscopy, scanning electron microscopy and by the energy dispersive spectroscopy technique. The mechanical characterization was evaluated by Vickers microhardness tests.

The main goal of this study was the possibility of decreasing the bonding conditions already reported in conventional bonding processes. The best results were obtained for the bond between the TiAl and Ti6Al4V alloys under the bonding conditions of 800 °C/40 MPa/60 min and for the bond between TiNi and Ti6Al4V under the conditions of 800 °C/20 MPa/60 min. The bond between TiAl and TiNi alloys was not as successful, because some porosity and cracks were found near the bond line. For all the bonds made, it was observed that the central zone of the interface is formed by the phases (Ni₃Al) + NiAl.

Key-words: Diffusion bonding, reactive multilayers, titanium alloys.

Índice

| | |
|---|------|
| Resumo | i |
| Abstract..... | ii |
| Índice de figuras | iv |
| Índice de tabelas..... | viii |
| Lista de abreviaturas | ix |
| 1. Introdução | 1 |
| 2. Técnicas de ligação aplicáveis às ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi | 2 |
| 2.1. Brasagem..... | 2 |
| 2.2. Soldadura por fricção..... | 7 |
| 2.3. Ligação por difusão no estado sólido | 10 |
| 2.3.1. Aplicação de multicamadas na ligação por difusão | 18 |
| 3. Materiais e procedimento experimental | 22 |
| 3.1. Materiais de base..... | 22 |
| 3.2. Produção de multicamadas | 24 |
| 3.3. Processamento de ligações por difusão no estado sólido | 24 |
| 3.4. Caracterização química e microestrutural das ligações | 27 |
| 3.4.1. Microcopia Eletrónica de Varrimento | 27 |
| 3.5. Ensaio de dureza | 28 |
| 4. Apresentação e discussão de resultados..... | 29 |
| 4.1. Ligações dissimilares de TiAl e Ti6Al4V | 29 |
| 4.2. Ligações dissimilares de TiAl e TiNi | 39 |
| 4.3. Ligações dissimilares de TiNi e Ti6Al4V | 46 |
| 5. Conclusões | 50 |
| 5.1. Trabalhos futuros..... | 51 |
| Referências Bibliográficas | 52 |

Índice de figuras

| | |
|---|----|
| Figura 1 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V com a liga de brasagem Ti-15Cu-15Ni, processada a 970 °C durante 5 minutos [9]..... | 3 |
| Figura 2 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V processada a 725 °C durante 60 minutos, utilizando diferentes sequências de multicamadas Al/Cu: a) Cu/Al/Cu; b) Al/Cu/Cu/Al [10]..... | 4 |
| Figura 3 - Ligação TiAl/Ti6Al4V processada à temperatura de 980 °C. (a) Imagem obtida por MO onde se distinguem três camadas, designadas de A, B e C; (b) Imagem obtida por SEM onde estão marcadas as zonas 1, 2, 3 e 4 [12]. | 5 |
| Figura 4 - Processo de soldadura por fricção esquematizado: (a) posicionamento dos dois componentes a ligar; (b) 1- rotação de um componente; 2- Aplicação de pressão; 3- Deformação plástica; 4- União completa. Adaptado de [14]..... | 7 |
| Figura 5 - Secção transversal da ligação entre TiAl e Ti6Al4V, onde a ZTMA é claramente visível. A liga de TiAl não foi termomecanicamente afetada na zona central da ligação (circulo preto) [16]. | 8 |
| Figura 6 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V. (a) Zona exterior, onde se observam poros; (b) zona central da amostra [16]. | 9 |
| Figura 7 - Imagem obtida por microscopia ótica da ligação criada entre a liga TiAl e Ti6Al4V para as condições: 980°C/200 MPa/60 min, onde é possível identificar as 2 zonas da interface [21]..... | 11 |
| Figura 8 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V para diferentes condições de processamento. (a) 825 °C/5 MPa/15 min; (b) 850 °C/5 MPa/15 min [23]. .. | 13 |
| Figura 9 - Resistência ao corte das ligações dissimilares de TiAl/Ti6Al4V para as diferentes condições de processamento. | 13 |
| Figura 10 - Resistência à tração ligações TiAl/Ti6Al4V para as diferentes configurações [25]. | 15 |
| Figura 11 - Escudo térmico de um avião fabricado através do processo SPF/DB [29]. | 16 |
| Figura 12 - Exemplo de uma multicamada reativa Ni/Al com 14nm de período. a) Imagem obtida por TEM b) Imagem obtida por STEM, é possível verificar camadas de Ni e de Al com detalhe [34]. | 18 |
| Figura 13 - Imagens obtidas por SEM (a) e TEM (b) da ligação produzida nas condições de: 800 °C/10 MPa /1 h/11 nm [30]. | 19 |
| Figura 14 - Gráfico de barras comparativo da resistência ao corte média para ligações TiAl/TiAl produzidas: com (a preto) e sem (a cinzento) auxílio de multicamadas de NiAl [2, 40, 41, 42]. | 21 |
| Figura 15 - Esquema do procedimento experimental | 22 |

| | |
|---|----|
| Figura 16 - Imagens obtidas por MO das microestruturas de: (a) TiAl; (b) Ti6Al4V; (c) TiNi. | 23 |
| Figura 17 - Esquema da multicamada reativa Ni/Al de 25 nm depositada sobre um material base. | 24 |
| Figura 18 - Equipamento utilizado para o processamento das ligações: (a) Bomba de vácuo; (b) Máquina de ensaios mecânicos (Lloyd Instruments - LR 30K); (c) Forno vertical de infravermelhos. | 25 |
| Figura 19 - Esquema representativo do posicionamento das amostras dentro do equipamento. | 25 |
| Figura 20 - Ciclo térmico empregue durante o processamento das ligações. | 26 |
| Figura 21 - Esquema referente aos sinais gerados a partir da interação entre o feixe de elétrons e a amostra a analisar. Adaptado de [47]. | 27 |
| Figura 22 - Equipamento utilizado para a realização dos ensaios de dureza. | 28 |
| Figura 23 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/20 MPa/60 min. | 29 |
| Figura 24 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min (no centro da ligação). | 30 |
| Figura 25 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min (na extremidade da ligação). | 31 |
| Figura 26 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min, com as várias zonas analisadas por EDS. | 32 |
| Figura 27 - (a) Tabela com a composição química (% atómica) da interface TiAl/Ti6Al4V determinada por EDS; (b) Gráfico representativo da variação da composição química ao longo da interface. | 32 |
| Figura 28 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min. (a) constituinte identificado em Z6 ao longo da interface e os constituintes identificados em Z7 e Z8; (b) ampliação da região onde se verifica o prolongamento de Z5 no substrato de Ti6Al4V. | 33 |
| Figura 29 - (a) Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Ni-Al a 750 °C, onde são indicadas as composições das zonas analisadas por EDS [50]; (b) Tabela com as fases identificadas, obtida com a conjugação do diagrama ternário e resultados obtidos por EDS. (Ligação TiAl/Ti6Al4V). | 34 |
| Figura 30 - Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Al-V, onde esta indicada a composição da zona Z7 analisada por EDS [51]. | 35 |
| Figura 31 - Diagrama de equilíbrio do sistema binário Ti-Al. Adaptado de [52]. | 36 |

| | |
|---|----|
| Figura 32 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V com a variação da microdureza Vickers. | 36 |
| Figura 33 - Imagem obtida por MO das indentações efetuadas (c,d,e) ao longo do substrato TiAl, interface e Ti6Al4V. | 37 |
| Figura 34 - (a) amostra sem deformação plástica dos substratos (800 °C/20 MPa/60 min). (b) amostra com deformação plástica dos substratos (800 °C/40 MPa/180 min). | 37 |
| Figura 35 - Imagem obtida por MO, na qual se pode observar a deformação plástica que ocorreu durante o processamento nos materiais de base Ti6Al4V e TiAl. | 38 |
| Figura 36 - Imagens obtidas por MO da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/180 min. | 38 |
| Figura 37 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/20 MPa/60 min. | 39 |
| Figura 38 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min. | 40 |
| Figura 39 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min. Observa-se a presença de poros e de pequenas fissuras perpendiculares na linha de ligação..... | 41 |
| Figura 40 - Imagem obtida por MO da ligação TiAl/TiNi processada a 800 °C/20 MPa/60 min. Esta imagem da interface corresponde a uma zona perto da extremidade da amostra. | 41 |
| Figura 41 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min, com as várias zonas analisadas por EDS..... | 42 |
| Figura 42 - (a) Tabela com a composição química (% atómica) da interface TiAl/TiNi determinada por EDS; (b) Gráfico representativo da variação da composição química ao longo da interface..... | 42 |
| Figura 43 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min, onde se observa o constituinte analisado em Z6 ao longo da interface..... | 43 |
| Figura 44 - (a) Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Ni-Al a 750 °C, onde são indicadas as composições das zonas analisadas por EDS [50]; (b) Tabela com as fases identificadas, obtida com a conjugação do diagrama ternário e resultados obtidos por EDS. (Ligação TiAl/TiNi). | 44 |
| Figura 45 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V com a variação da microdureza Vickers. | 45 |
| Figura 46 - Imagem obtida por MO das Indentações efetuadas (c,d,e) ao longo do substrato TiAl, interface e TiNi. | 45 |

| | |
|--|----|
| Figura 47 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiNi/Ti6Al4V realizada a 800 °C/20 MPa/60 min. | 46 |
| Figura 48 - Imagem obtida por SEM da ligação TiNi/Ti6Al4V realizada a 800 °C/20 MPa/60 min, com as várias zonas analisadas por EDS. | 47 |
| Figura 49 - (a) Tabela com a composição química (% atômica) da interface TiNi/Ti6Al4V determinada por EDS; (b) Gráfico representativo da variação da composição química ao longo da interface. | 47 |
| Figura 50 - (a) Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Ni-Al a 750 °C, onde são indicadas as composições das zonas analisadas por EDS [50]; (b) Tabela com as fases identificadas, obtida com a conjugação do diagrama ternário e resultados obtidos por EDS. (Ligação TiNi/Ti6Al4V). | 48 |

Índice de tabelas

| | |
|--|----|
| Tabela 1 - Valores de dureza (HV 0,01) das diferentes zonas da ligação analisadas [12]. | 6 |
| Tabela 2 - Tabela resumo das ligações obtidas por brasagem: materiais de base, ligas de brasagem, condições de processamento e resistência mecânica..... | 6 |
| Tabela 3 - Tabela resumo das ligações obtidas por ligação por difusão: materiais de base, ligas de brasagem, condições de processamento e resistência mecânica. | 16 |
| Tabela 4 - Fases presentes nas diferentes zonas da ligação [30]. | 20 |
| Tabela 5 - Composição química (% atômica) obtida por EDS das ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi. | 23 |
| Tabela 6 - Ligações realizadas e respectivas condições de processamento. | 26 |
| Tabela 7 - Quadro resumo das ligações dissimilares processadas neste trabalho. | 49 |

Lista de abreviaturas

CVD: *Chemical Vapour Deposition* / Deposição Química em Fase Vapor¹

EBSD: *Electron Backscatter Diffraction* / Difração de Elétrões Retrodifundidos¹

EDS: *Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy* / Espectroscopia de Dispersão de Energia¹

PVD: *Physical Vapour Deposition* / Deposição Física em Fase Vapor¹

MO: Microscopia Ótica

SEM: *Scanning Electron Microscopy* / Microscopia Eletrônica de Varrimento¹

SPF/DB: *Superplastic Forming and Diffusion bonding* / Conformação Superplástica e Ligação por Difusão¹

T_{amb}: Temperatura ambiente

t.d.g. Tamanho de grão

TEM: *Transmission Electron Microscopy* / Microscopia Eletrônica de Transmissão¹

ZTMA: Zona Termomecanicamente Afetada

¹Para as situações em que a abreviatura em português não esta vulgarizada, é utilizada a abreviatura em inglês.

1. Introdução

Atualmente, as necessidades dos diversos setores industriais como a indústria automóvel, aeroespacial e aeronáutica têm vindo a ser cada vez mais exigentes no que toca ao desenvolvimento de novos materiais e nos processos intrínsecos à produção dos mesmos, pelo que, o interesse em associar o melhor desempenho dos produtos à diminuição de custos de produção tem vindo a aumentar [1].

As ligas de titânio, nomeadamente as ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi têm sido alvo de vários estudos ao longo das ultimas décadas, em que o objetivo destes estudos é a necessidade de generalizar e implementar o uso destas ligas metálicas. Estas ligas apresentam uma gama de propriedades bastante atrativas, sendo que são bons candidatos para substituir algumas ligas mais pesadas ligas convencionais em setores em que por exemplo a redução de peso é importante [1].

Pelas dificuldades em ligar estas ligas umas às outras, devido à grande reatividade das mesmas há a necessidade de se desenvolver processos de ligação adequados a estes materiais. Com o desenvolvimento destas técnicas de ligação, vai ser possível integrar estes materiais em estruturas mais complexas, o que poderá viabilizar a sua produção em larga escala [2].

A ligação por difusão no estado sólido é um dos processos que apresenta melhores resultados na ligação similar e dissimilar de algumas ligas de titânio. Esta técnica permite produzir ligações sem a presença de defeitos e com elevada resistência mecânica. No entanto, é uma técnica em que as condições de processamento necessárias para promover a ligação do material ainda são muito exigentes, pelo que, não é de momento uma técnica atrativa a nível de implementação industrial [3, 4].

A ligação por difusão no estado sólido com multicamadas reativas tem sido muito estudada nos últimos anos por membros do CEMMPRE. Com esta nova abordagem há a possibilidade de diminuir as condições de processamento das ligações por difusão: temperatura, pressão e tempo [4, 5].

O objetivo desta dissertação é estudar a ligação dissimilar entre ligas de TiNi, TiAl e Ti6Al4V por difusão no estado sólido com multicamadas reativas de Ni/Al. Para isso justifica-se uma análise aprofundada da microestrutura e da resistência mecânica das ligações efetuadas, de modo a verificar o potencial de aplicação deste processo de ligação.

2. Técnicas de ligação aplicáveis às ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi

A utilização das ligas de titânio como o TiAl, Ti6Al4V e o TiNi requer o estudo e o desenvolvimento constante de técnicas de ligação que tenham a capacidade de originar uniões sem defeitos. Os processos de ligação mais utilizados são a soldadura por fusão, a brasagem, a soldadura por fricção e a ligação por difusão no estado sólido [6]. Neste capítulo vão ser abordadas estas diferentes técnicas para efetuar ligações dissimilares entre ligas de titânio.

2.1. Brasagem

O processamento de ligações pela técnica de brasagem consiste na inserção de um material de adição (liga de brasagem) entre os dois materiais a ligar, e de seguida aquecer o conjunto. É um processo de ligação realizado sempre acima de 450 °C, e não envolve a fusão dos materiais de base, mantendo assim as propriedades mecânicas destes e evitando problemas relacionados com os processos de soldadura. A ligação entre os dois materiais de base é promovida pela formação de uma fase líquida resultante da fusão da liga de brasagem previamente inserida entre as superfícies dos materiais a ligar. A temperatura à qual se realiza este processo é, por norma, 20 a 30 °C superior à temperatura de *liquidus* da liga de brasagem utilizada, isto é, com o objetivo de garantir que a fase líquida formada esteja suficientemente fluida, que molhe os materiais de base e que preencha todas as cavidades existentes na junta por capilaridade [7, 8].

A seguir estão descritos vários estudos relacionados com o processo de brasagem, nos quais estão envolvidos os materiais de base utilizados nesta dissertação.

No estudo levado a cabo por Shiue *et al.* [9] foi estudada a ligação entres as ligas Ti₅₀Al₅₀/Ti6Al4V pelo processo de brasagem por infravermelhos, no qual se utilizaram duas ligas de brasagem distintas: Ti-15Cu-25Ni e Ti-15Cu-15Ni (% ponderal). As ligações foram efetuadas às temperaturas de 930, 950 e 970 °C para tempos de estágio de 3 a 20 minutos. Por espectroscopia de dispersão de energia (EDS), os autores verificaram que a interface das juntas é essencialmente composta pelas fases α Ti, Ti₂Ni e Ti₃Al (ver figura 1). A quantidade da fase Ti₂Ni diminui com o aumento da temperatura e/ou com o tempo de estágio, devido à difusão de átomos de Ni da liga de brasagem para o substrato de Ti6Al4V. Pelo contrario, a espessura

da camada constituída pela fase Ti_3Al não é afetada pelas condições de processamento, esta fase forma-se no ciclo de arrefecimento devido à solubilidade reduzida de Al, Cu e Ni na fase α -Ti.

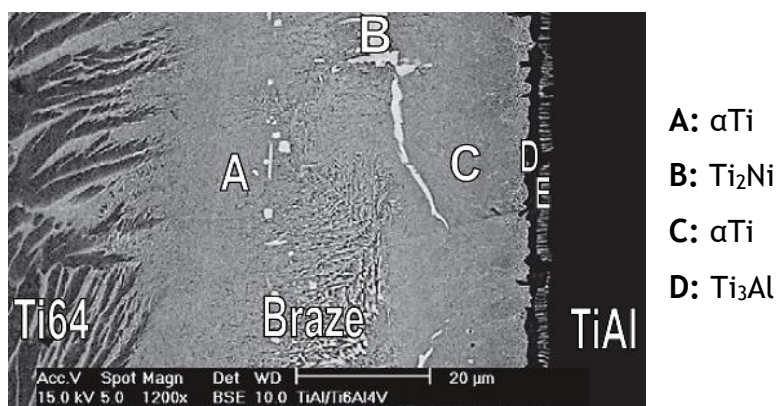


Figura 1 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V com a liga de brasagem Ti-15Cu-15Ni, processada a 970 °C durante 5 minutos [9].

As amostras processadas utilizando a liga de brasagem de Ti-15Cu-25Ni, à temperatura de 970 °C e com um tempo de estágio de 5 minutos, apresentaram uma resistência ao corte média de 189 MPa. Enquanto que a resistência ao corte máxima obtida foi de 280 MPa, isto para as amostras com a liga Ti-15Cu-15Ni com o tempo de estágio de 20 minutos. Os autores verificaram que ambas as fases Ti_2Ni e Ti_3Al prejudicam a resistência mecânica da junta [9].

Costa *et al.* [10] realizaram o processamento de ligações entre as ligas TiAl (Ti-47Al-2Cr-2Nb % at.) e Ti6Al4V pelo processo de brasagem por difusão, isto com recurso a multifolhas finas de Al/Cu. As ligações foram efetuadas sob uma pressão de 4 MPa, às temperaturas de 625 e 725 °C e durante um tempo de estágio de 60 minutos. Foram utilizadas duas sequências diferentes de multifolhas de Al/Cu: Cu/Al/Cu (34,5 Cu, % ponderal) e Al/Cu/Cu/Al (93 Cu, % ponderal). Os autores verificaram que ao utilizar a multicamada com sequência de Cu/Al/Cu como material de adição, a zona da interface apresentava bastantes defeitos como fissuras e zonas não ligadas, independentemente da temperatura utilizada. Por observação da figura 2a é possível corroborar a existência de fissuras paralelas ao substrato de Ti6Al4V e de zonas não ligadas. A mudança da sequência das multifolhas para Al/Cu/Cu/Al permitiu a redução substancial dos defeitos detetados junto à interface, isto à temperatura de ligação de 725 °C tal como é possível observar pela figura 2b. Pela análise EDS determinou-se que a ligação dos substratos é promovida pela formação da fase $AlCu_2Ti$. Foi ainda possível identificar a fase $Al_4Cu_9 + (Cu)$ compreendida entre

a fase AlCu_2Ti e a zona central da interface. Apesar da utilização da multicamada Al/Cu/Cu/Al ter trazido melhorias, foram detetadas microfissuras entre as fases $\text{Al}_4\text{Cu}_9 + (\text{Cu})$ e (Cu) .

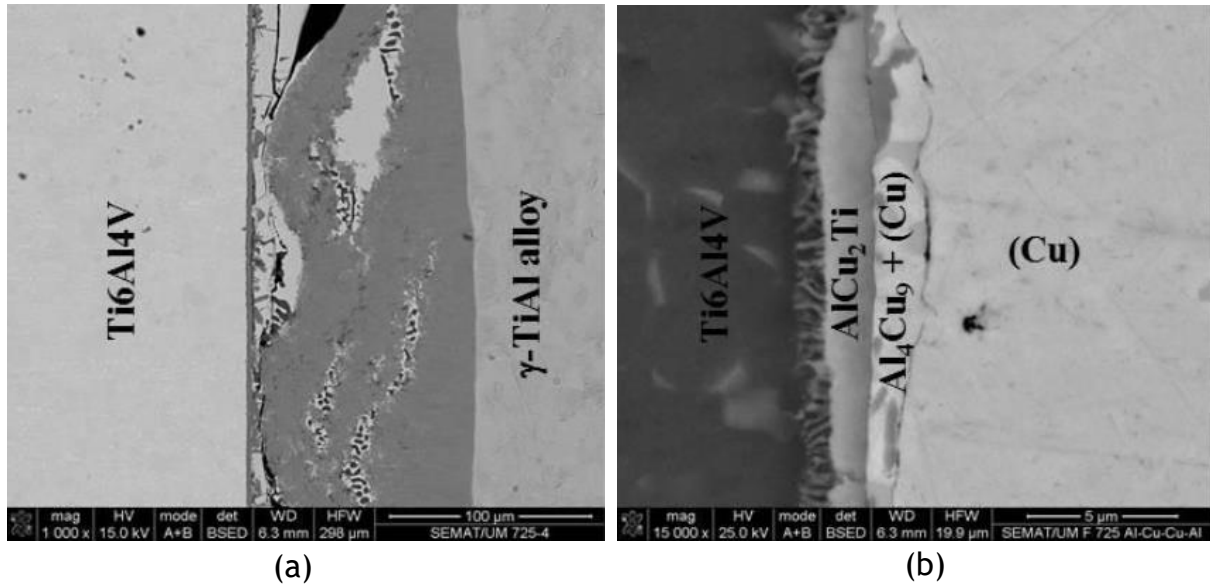


Figura 2 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V processada a 725 °C durante 60 minutos, utilizando diferentes sequências de multicamadas Al/Cu: a) Cu/Al/Cu; b) Al/Cu/Cu/Al [10].

Shiue *et al.* [11] desenvolveram um estudo onde se processaram ligações com recurso à técnica de brasagem por infravermelhos, entre os materiais de base Ti_3Al e Ti6Al4V utilizando duas ligas de brasagem diferentes: Ti-15Cu-25Ni e Ti-15Cu-15Ni (% ponderal). As ligações foram realizadas às temperaturas de 930, 950 e 970 °C durante tempos de estágio de 3 a 15 minutos. A interface criada durante o processamento das ligações consiste principalmente numa matriz rica em Ti e na fase intermetálica Ti_2Ni . Os autores verificaram que a quantidade da fase Ti_2Ni diminui com o aumento da temperatura e do tempo de ligação, devido à difusão de Ni da liga de brasagem para o substrato de Ti6Al4V. Utilizando a liga de brasagem de Ti-15Cu-25Ni, à temperatura de 930 °C durante 3 minutos, a ligação obtida apresentou uma resistência ao corte média de 304 MPa. A maior resistência ao corte obtida foi 373 MPa, para a amostra processada à temperatura de 970 °C durante 10 minutos. Observou-se também que a fratura se propagou ao longo da camada Ti_2Ni . Em suma, com a diminuição do teor de Ni da liga de brasagem, e com aumento da temperatura de processamento e do tempo de estágio, houve assim um aumento da resistência mecânica da ligação.

O trabalho realizado por A. Soares [12] abordou também a ligação dissimilar entre a liga TiAl (Ti-50Al-45Cr-5Nb (% atômica)) e Ti6Al4V pelo processo de brasagem por difusão, recorrendo a uma liga de brasagem Ag-Cu/Ti/Ag-Cu. As ligações foram processadas a 900, 950 e 980 °C durante um estágio de 30 minutos. Para a ligação processada a 900 °C não houve qualquer tipo de ligação. Para o caso das ligações realizadas à temperatura de 950 °C, só ocorreu ligação entre a liga de TiAl e a liga de brasagem anteriormente referida. No centro da interface, na liga TiAl e na superfície da liga Ti6Al4V foi observada a presença de porosidade. A autora concluiu que só aumentando a temperatura de processamento para 980 °C, é que é possível obter ligações de boa qualidade sem a presença de porosidades (figura 3a). Através da técnica de microscopia eletrónica de varrimento (SEM) e EDS, foram identificadas as possíveis fases presentes na interface da ligação processada a 980 °C, fases estas que correspondem às zonas 1, 2, 3 e 4 da figura 3b. As fases identificadas por este método foram as seguintes: Zona 1- TiAg + Ti₂(Ag,Cu); Zona 2- αTi + AgTi₂; Zona 3- αTi; Zona 4- αTi + Ti₃Al.

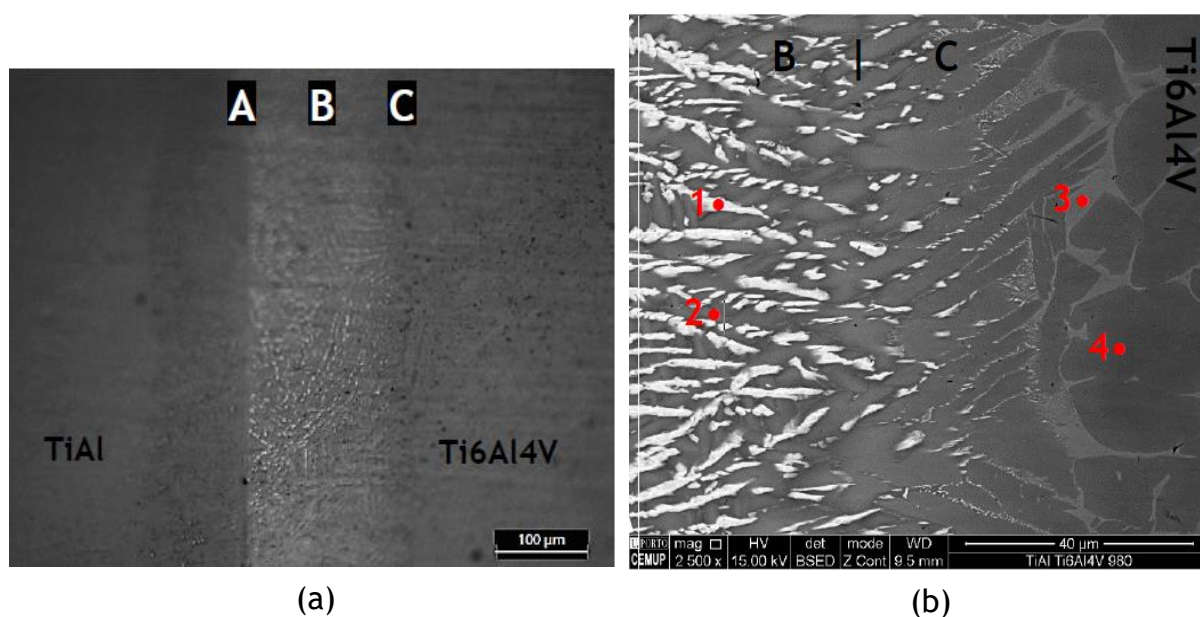


Figura 3 - Ligação TiAl/Ti6Al4V processada à temperatura de 980 °C. (a) Imagem obtida por MO onde se distinguem três camadas, designadas de A, B e C; (b) Imagem obtida por SEM onde estão marcadas as zonas 1, 2, 3 e 4 [12].

Finalmente pela análise dos valores da tabela 1, a autora verificou que a dureza das ligas TiAl e Ti6Al4V diminui com o aumento da temperatura. Esta diminuição ocorreu provavelmente devido ao aumento do tamanho de grão. Na ligação efetuada à temperatura de 980 °C, constatou-se que a interface é mais macia

no centro e mais dura na periferia. Isto pode ter ocorrido devido à presença das fases TiAg e Ti₂(Ag,Cu) que possuem dureza menor que o titânio.

Tabela 1 - Valores de dureza (HV 0,01) das diferentes zonas da ligação analisadas [12].

| | Temperatura de Brasagem (°C) | |
|------------------|------------------------------|------------------|
| | 950 | 980 |
| TiAl | 457 ± 37 HV 0,01 | 368 ± 18 HV 0,01 |
| Interface | 195 ± 36 HV 0,01 | 257 ± 19 HV 0,01 |
| Ti6Al4V | 460 ± 25 HV 0,01 | 432 ± 11 HV 0,01 |

Na tabela 2 encontram-se indicados os materiais utilizados nos estudos referidos acima, tanto como as condições de processamento e os valores da resistência ao corte máxima das ligações obtidas.

Tabela 2 - Tabela resumo das ligações obtidas por brasagem: materiais de base, ligas de brasagem, condições de processamento e resistência mecânica

| Materiais de Base | Liga de brasagem | Parâmetros de brasagem | Resistência ao corte (MPa) | Referência do estudo |
|---|------------------------------------|-------------------------------|-----------------------------------|-----------------------------|
| Ti₅₀Al₅₀ / Ti6Al4V | Ti-15Cu-25Ni ^(a) | 970 °C/5 min | 189 | [9] |
| | Ti-15Cu-15Ni ^(a) | 970 °C/20 min | 280 | |
| Ti-47Al-2Cr-2Nb^(b) / Ti6Al4V | Cu/Al/Cu (34,5 Cu) ^(a) | 725 °C/60 min | — | [10] |
| | Al/Cu/Cu/Al (93 Cu) ^(a) | | | |
| Ti₃Al / Ti6Al4V | Ti-15Cu-25Ni ^(a) | 930 °C/3 min | 304 | [11] |
| | Ti-15Cu-15Ni ^(a) | 970 °C/10 min | 373 | |
| Ti-50Al-45Cr-5Nb^(a) / Ti6Al4V | Ag-Cu/Ti/Ag-Cu | 980 °C/30 min | — | [12] |

^(a)Percentagem ponderal; ^(b)Percentagem atômica.

2.2. Soldadura por fricção

A soldadura por fricção é um processo pelo qual a união de componentes é realizada no estado sólido, tal como acontece na ligação por difusão. A união entre os materiais a ligar é resultante do aquecimento local gerado pelo atrito e pela aplicação de pressão. Este aquecimento local provocado pelo atrito provoca uma deformação plástica a quente entre os materiais a ligar, permitindo que haja a união entre estes. Esta técnica de soldadura consiste na aplicação de pressão sobre os componentes a unir, sendo que num dos componentes é aplicada uma força rotativa e o outro permanece imóvel ou sujeito a uma força rotativa no sentido contrário. Este processo encontra-se esquematizado na figura 4. Os parâmetros mais importantes a ter em conta neste processo são: a velocidade de rotação, a pressão exercida e o tempo de contacto [4, 13, 14].

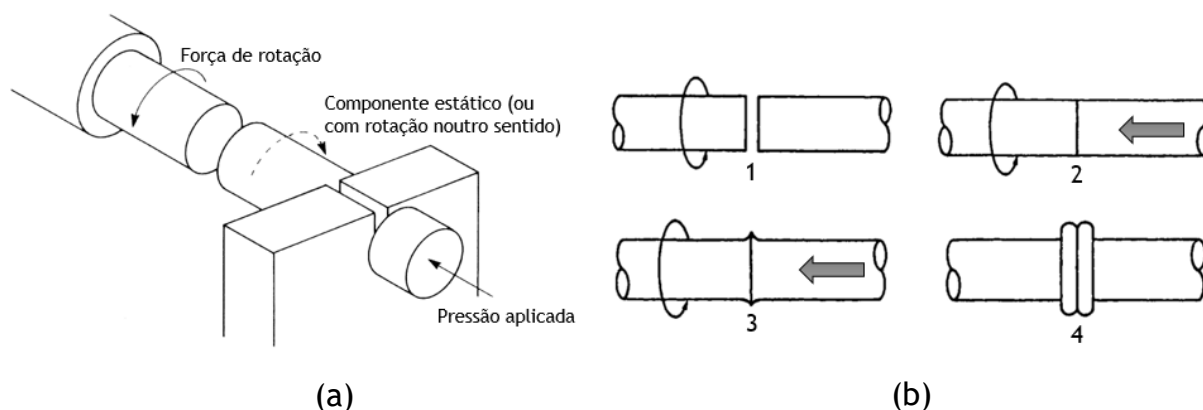


Figura 4 - Processo de soldadura por fricção esquematizado: (a) posicionamento dos dois componentes a ligar; (b) 1- rotação de um componente; 2- Aplicação de pressão; 3- Deformação plástica; 4- União completa. Adaptado de [14].

Soldadura de fricção é um método de ligação promissor, tendo em vista a sua confiabilidade e produtividade, mas a configuração exigida para ligar diferentes componentes é um pouco restrita, ao contrário do processo de ligação por difusão, processo este que pode ser usado em estruturas mais pequenas [15].

Ventzke *et al.* [16] procederam ao estudo da ligação dissimilar entre as ligas TiAl/Ti6Al4V pelo método de soldadura por fricção. Neste estudo foi realizada a ligação de um cilindro de TiAl com 25 mm de diâmetro e 50 mm de altura a um de Ti6Al4V com 25 mm de diâmetro e 100 mm de altura. A altura das amostras foi diferente de modo a poupar material. Os parâmetros de ligação utilizados nesta experiência foram: a velocidade rotacional foi mantida constante (1470 rpm), com

um tempo de fricção de aproximadamente 4,7 segundos a uma pressão de 310 MPa. Na fase final do processo de soldadura por fricção foi aplicada uma pressão de 330 a 360 MPa, durante 1,8 segundos. A figura 5 representa a secção transversal da ligação entre a liga TiAl e Ti6Al4V, e pode-se constatar que a zona termomecanicamente afetada (ZTMA) diminui da zona exterior para a zona central da ligação. Pela análise da figura também se observa a existência de fissuras na liga TiAl, além disso a liga de TiAl não foi termomecanicamente afetada na zona central da ligação, o que indica que o calor gerado pela fricção não foi uniformemente distribuído ao longo da interface.

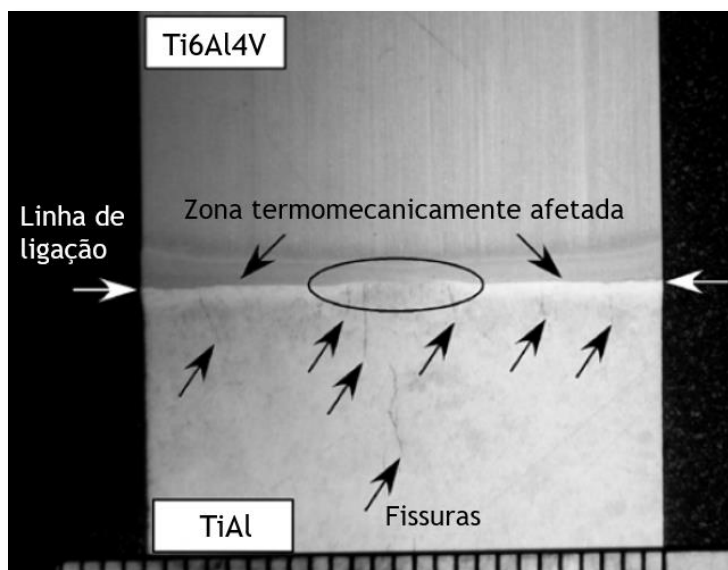


Figura 5 - Secção transversal da ligação entre TiAl e Ti6Al4V, onde a ZTMA é claramente visível. A liga de TiAl não foi termomecanicamente afetada na zona central da ligação (círculo preto) [16].

Na figura 6a observa-se que a zona exterior da amostra apresenta um grande número de poros, ao contrário da zona mais central (figura 6b). Pode-se supor então que a deformação plástica gerada pelo atrito entre os dois materiais a ligar não foi suficiente, resultando assim na presença de poros na interface. Com os parâmetros usados neste processo, a zona da liga TiAl teve um refinamento de grão local, e quanto à liga Ti6Al4V a sua microestrutura inicialmente equiaxial tornou-se lamelar. Estas mudanças na microestrutura dos materiais de base poderão contribuir para o aumento da resistência mecânica da ligação dissimilar entre estas ligas. O mecanismo de ligação foi controlado por difusão, pelo que levou à formação da fase Ti_3Al perto da interface do lado da liga Ti6Al4V. A variação de dureza deve-se principalmente ao tamanho de grão e não à distribuição das fases γ e Ti_3Al . Em suma,

os parâmetros usados no processo de soldadura por fricção não foram suficientes para alcançar ligações dissimilares TiAl/Ti6Al4V sem defeitos [16].

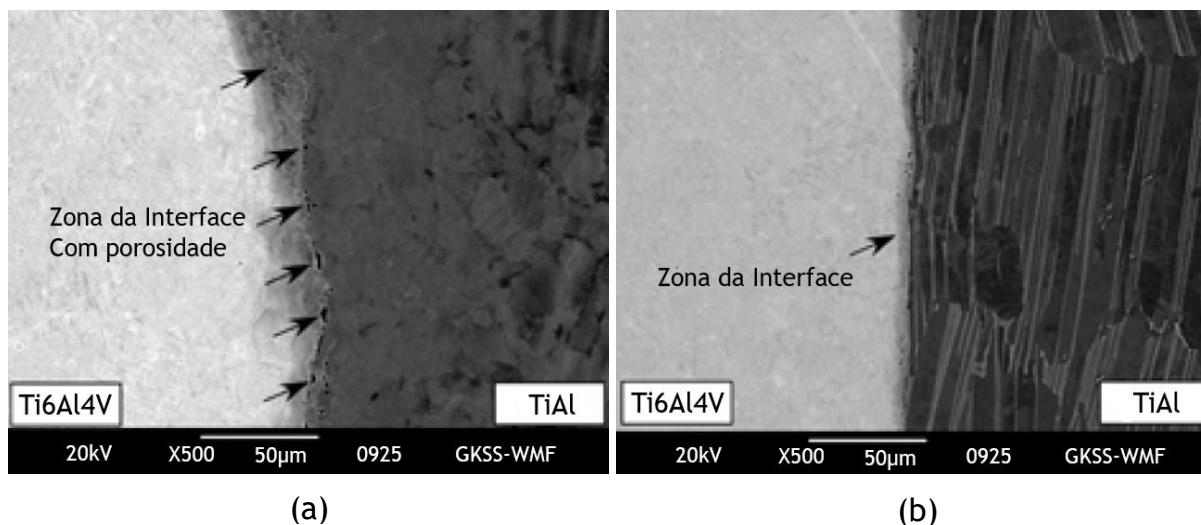


Figura 6 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V. (a) Zona exterior, onde se observam poros; (b) zona central da amostra [16].

Fukumoto *et al.* [17] desenvolveram um estudo onde foi testada a ligação da liga TiNi com um aço inoxidável austenítico (SS 304), pelo processo de soldadura por fricção. Entre os materiais de base referidos foi ainda incorporada uma folha de Ni. Para avaliar o efeito da folha de níquel foram produzidos dois tipos de ligações: TiNi/SS e TiNi/Ni/SS. A velocidade rotacional e o tempo de fricção variaram de 790 a 3180 rpm e de 1 a 6 segundos, respetivamente. A pressão de fricção utilizada foi de 100 MPa, na fase final do processo foi aplicada uma pressão de 150 MPa, durante 6 segundos. Sem a utilização da folha de Ni houve a formação do intermetálico frágil Fe_2Ti ao longo da interface compreendida entre TiNi e o aço inoxidável, resultando numa ligação com pouca resistência mecânica. Utilizando uma folha de Ni, as propriedades mecânicas da ligação são melhoradas. Para os parâmetros apontados foram obtidos valores máximos de resistência à tração de 512 MPa, sem usar a folha de Ni a resistência mecânica foi de apenas 200 MPa. A interface Ni/SS não apresenta zona de reação ao contrário da interface TiNi/Ni, esta zona de reação é constituída pelas fases TiNi_3 e $\text{TiNi} + \text{TiNi}_3$. A espessura da zona de reação aumenta com o aumento da velocidade e tempo de fricção.

A técnica de soldadura por fricção aparenta ser um método promissor na ligação dissimilar entre TiAl e Ti6Al4V, contudo pode causar alguma deformação nos materiais de base.

2.3. Ligação por difusão no estado sólido

Os estudos realizados sobre o processamento de ligações similares e dissimilares entre as ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi, demonstram a dificuldade na obtenção de ligações viáveis nestes materiais. O processo de ligação por difusão no estado sólido poderá superar esta dificuldade, visto que é um dos processos que apresenta melhores resultados na ligação de ligas de titânio. O processo de ligação por difusão é realizado no estado sólido, não havendo a criação de uma fase líquida como acontece no processo brasagem. A ligação por difusão ocorre quando duas interfaces planas são sujeitas a pressão a elevadas temperaturas durante um determinado intervalo de tempo, promovendo assim a difusão através da interface. Os parâmetros mais importantes a ter em conta neste processo são a temperatura, a pressão, o tempo de estágio, a qualidade das superfícies de contacto e o nível de vácuo [3, 15, 18]:

- A **temperatura de ligação** é normalmente 50 a 70% da temperatura de fusão dos materiais a ligar. Temperaturas elevadas promovem a interdifusão através da interface e aumentam a deformação plástica sob pressão.
- A **pressão** promove o contacto entre as superfícies a unir, promovendo a interdifusão.
- O **tempo de estágio** a elevadas temperaturas pode variar de minutos a algumas horas de modo a dar tempo para que a difusão se realize na zona da interface. Longos tempos de ligação podem criar problemas a nível do aumento de tamanho do grão, diminuindo a resistência mecânica da junta produzida.
- A **superfície do material** a ligar deve apresentar um bom acabamento superficial, isto porque as superfícies mal preparadas são responsáveis por uma deformação plástica local dificultando assim a difusão.
- O **controlo do vácuo** é importante, pois permite evitar a oxidação dos materiais a unir [19, 20].

A ligação por difusão aparenta ser uma boa alternativa para ligar compostos intermetálicos, isto porque não induz grandes tensões residuais, envolvendo uma baixa deformação [7].

Processos de soldadura como soldadura a laser e a soldadura por feixe de elétrons são possíveis técnicas para unir ligas de titânio como por exemplo as ligas TiAl. Contudo devido à baixa ductilidade destas ligas combinada com altas tensões residuais, estes processos de soldadura tornam-se algo complicados de implementar. Com isto, o processo de ligação por difusão no estado sólido aparenta ser uma alternativa, visto que evita muitos destes problemas e tem a capacidade de ligar materiais intermetálicos [21].

No trabalho realizado por Holmquist *et al.* [21] foi investigada a ligação por difusão entre a liga Ti6Al4V e uma liga TiAl com a seguinte composição química: Ti-33 Al-2 Fe-1,8 V-0,1 B (% ponderal). Estas ligas foram ligadas a temperaturas de 900, 940 e 980 °C, com uma pressão de 200 MPa durante 60 minutos. Com estas condições foi possível criar ligações com boa qualidade, sem qualquer poro ou fissura, sendo que com o aumento da temperatura de 900 para 980 °C a interface aumenta de espessura de 9 para 11 μm . A análise das microestruturas permitiu identificar 2 zonas distintas da interface. A zona 1 é uma zona mais ampla adjacente à liga TiAl, e contém grãos de γ e α_2 com tamanho de grão (t.d.g.) de 5-6 μm . Já a zona 2 é composta por grãos α e α_2 mais pequenos com um t.d.g. de 1 a 2 μm , isto porque as condições de processamento foram suficientes para causar a recristalização levando a um grão mais fino. As zonas referidas estão representadas na figura 7.

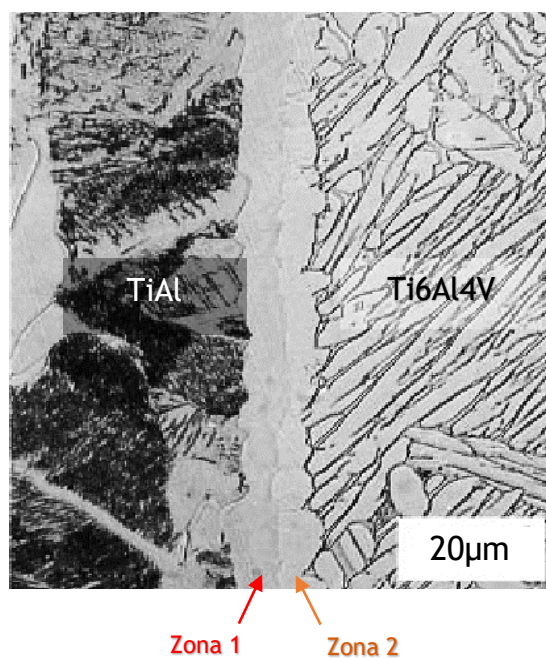


Figura 7 - Imagem obtida por microscopia ótica da ligação criada entre a liga TiAl e Ti6Al4V para as condições: 980°C/200 MPa/60 min, onde é possível identificar as 2 zonas da interface [21].

Foi também medida a tensão de rotura à tração e o alongamento após rotura à temperatura ambiente (T_{amb}) da junta. Os resultados obtidos permitiram concluir que as ligações formadas apresentavam uma resistência mecânica e ductilidade semelhantes ao material base (TiAl) [21].

Wang *et al.* [22] focaram-se também no estudo da ligação por difusão da liga Ti-6Al-4V com uma liga TiAl com a seguinte composição química nominal: Ti-46,5 Al-2,5 V-2 Cr-1,5 Nb (% ponderal). As ligações foram efetuadas em vácuo a temperaturas de 800, 880 e 900 °C, com o tempo de ligação de 120 minutos, mediante a aplicação de uma pressão de 100 MPa. Com estas condições obtiveram ligações de qualidade sem defeitos como poros e fissuras. Tal como foi referido também por Holmquist *et al.* [21], neste estudo foi possível identificar 2 zonas na interface, sendo que a zona 1 é composta por grãos γ e α_2 maiores em relação aos grãos α e α_2 da zona 2. Foi também medida a dureza Vickers ao longo da interface de ligação para as condições de 900 °C/100 MPa/120 minutos, e foi possível constatar que a dureza da ligação varia entre 310 e 450 HV, tendo a zona adjacente à liga TiAl o menor valor de dureza. Isto deve-se à formação da fase α Ti₃Al na ligação. Pelos perfis de EDS foi demonstrado que ocorre a difusão dos átomos de Al da liga TiAl para a liga Ti6Al4V e para o caso dos átomos de Ti a direção da difusão é ao contrário. Com o intuito de medir a qualidade das ligações foram realizados ensaios de flexão. Para a ligação formada utilizando os parâmetros: 880 °C/100 MPa/120 minutos a fratura apenas ocorre na liga TiAl, fora da zona de ligação.

Num trabalho conduzido por Çam *et al.* [23], os autores procederam à ligação dissimilar entre as ligas TiAl (Ti-48 Al-3,7 (Cr, Nb, C) % atómica) e Ti6Al4V pelo processo de ligação por difusão. Foram produzidas varias ligações com diferentes condições de processamento: na gama de temperaturas de 825, 850 e 875 °C, com pressões a variar entre os 5 e 8 MPa e com tempos de estágio de 15 a 45 minutos. Com recurso a microscopia ótica (MO) não verificaram defeitos aparentes na ligação formada, sendo que a linha de ligação é claramente visível devido às diferentes microestruturas apresentadas pelos materiais em estudo. Apesar disto, com análise realizada por SEM a amostra processada nas condições de 825 °C/5 MPa/15 min apresentou algumas zonas isoladas não ligadas (porosidade), tal como se pode observar na figura 8a.

Todas as outras amostras apresentaram algumas zonas mais escuras ao longo da interface. Pela análise EDS constatou-se que estas zonas pretas eram partículas da fase frágil Ti_3Al (figura 8b). Em todas as ligações realizadas foi detetada a formação de uma camada contínua, composta pela fase frágil Ti_3Al com a seguinte composição química: 72-77 Ti (% at) e 16-20 Al (% at) [23].

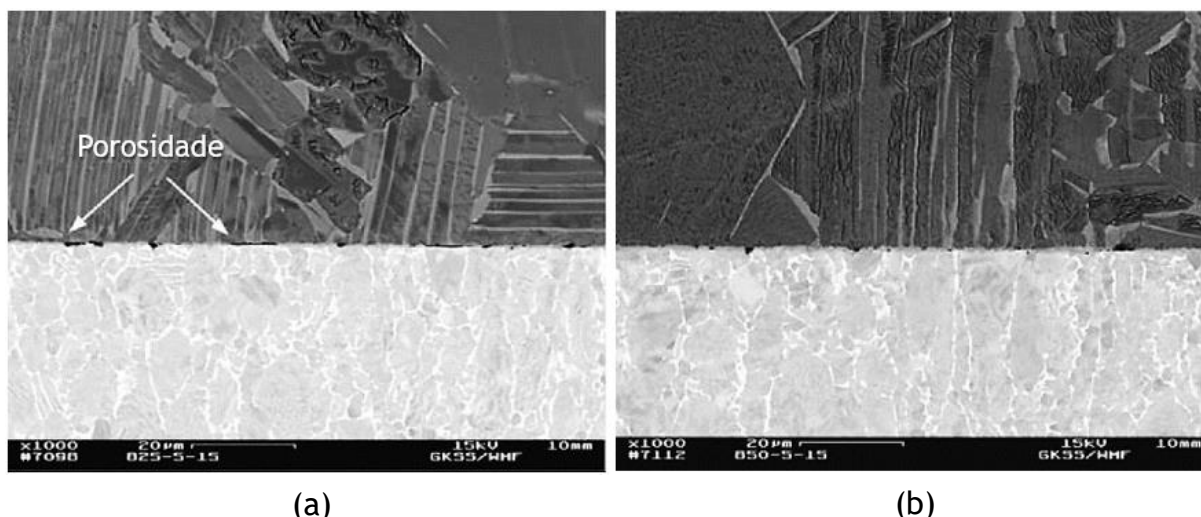


Figura 8 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V para diferentes condições de processamento. (a) 825 °C/5 MPa/15 min; (b) 850 °C/5 MPa/15 min [23].

A resistência ao corte dos substratos de TiAl e Ti6Al4V foi de 1398 e 1399 MPa respetivamente. Já a resistência ao corte média mais elevada foi de 483 MPa e foi obtida para as condições de processamento de 850 °C/5 MPa/15 min (figura 9). A resistência mecânica da ligação produzida foi menor que a dos materiais de base, como seria de esperar devido à formação de uma camada contínua ao longo da interface, que é composta pela fase frágil Ti_3Al . A espessura da camada aumenta com o aumento do tempo de estágio, diminuindo a resistência mecânica [23].

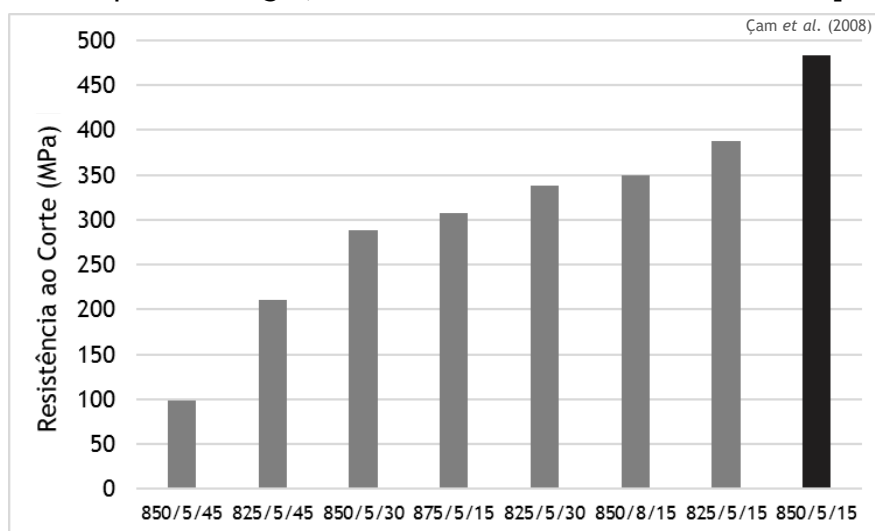


Figura 9 - Resistência ao corte das ligações dissimilares de TiAl/Ti6Al4V para as diferentes condições de processamento.

Com estes resultados os autores demonstraram que o processamento de ligações dissimilares TiAl/Ti6Al4V pelo processo de ligação por difusão foi bem sucedido, tendo conseguido produzir ligações sem a presença de defeitos.

Glatz e Clements [24] realizaram ligações por difusão entre uma liga de TiAl, com a composição química de Ti-47Al-2Cr-0,2Si (% atômica), e a liga Ti6Al4V. As ligações foram processadas à temperatura de 1000 °C durante 180 minutos, aplicando-se uma pressão de 20 MPa. Para medir a resistência mecânica das ligações foram realizados ensaios de tração à temperatura ambiente e a 700 °C. Estes autores verificaram que as ligações entre a liga TiAl e a liga Ti6Al4V apresentavam 583 MPa de resistência à tração à temperatura ambiente, neste caso a fratura ocorreu na liga TiAl tal como esperado devido à maior resistência mecânica à temperatura ambiente da liga Ti6Al4V. O ensaio realizado a 700 °C apresentou uma resistência à tração de 235 MPa, sendo que a fratura ocorreu na liga Ti6Al4V. Foram obtidas ligações de qualidade, apesar de ao longo da interface se ter observado a presença de alguma microporosidade isolada.

Xue et al. [25] realizaram o processamento de ligações pelo processo de difusão no estado sólido entre a liga Ti6Al4V e uma liga de TiAl produzida por pulverometalurgia (Ti-47Al-2Nb-2Cr-0,2W-0,5B (% atômica)), com recurso a uma camada intermédia de Ni ou Ti. Foram testadas ligas de TiAl com microestruturas diferentes, a primeira apresentava uma microestrutura completamente lamelar, obtida por tratamento térmico efetuado antes do processamento das ligações. A segunda mostrou ter uma microestrutura quase- α . As camadas intermédias utilizadas tinham uma espessura de 33 μ m, e a seguinte composição química: Ti (Ti : Zr : Cu : Ni (% at.) \approx 35 : 35 : 15 : 15) e Ni (Ni : Cr : Si : B (% at.) \approx 79 : 14 : 4 : 3). As ligações foram processadas à temperatura de 915 °C, sob uma pressão de 80 MPa durante 60 minutos. Para fazer a caracterização mecânica das juntas realizaram-se ensaios de tração à temperatura ambiente e a 500 °C. Os autores verificaram que a resistência à tração a 500 °C e à temperatura ambiente foi melhor para o caso em que foi usada uma liga de TiAl, com microestrutura completamente lamelar e uma camada intermédia de Ni. O gráfico presente na figura 10 representa os valores de resistência mecânica obtidos. Estes resultados indicam que as juntas produzidas apresentam boas propriedades mecânicas a elevadas temperaturas. Analisando as superfícies de

fratura, os autores observaram que independentemente de se usar camadas intermédias de Ti ou Ni, a junta produzida fratura de forma frágil.

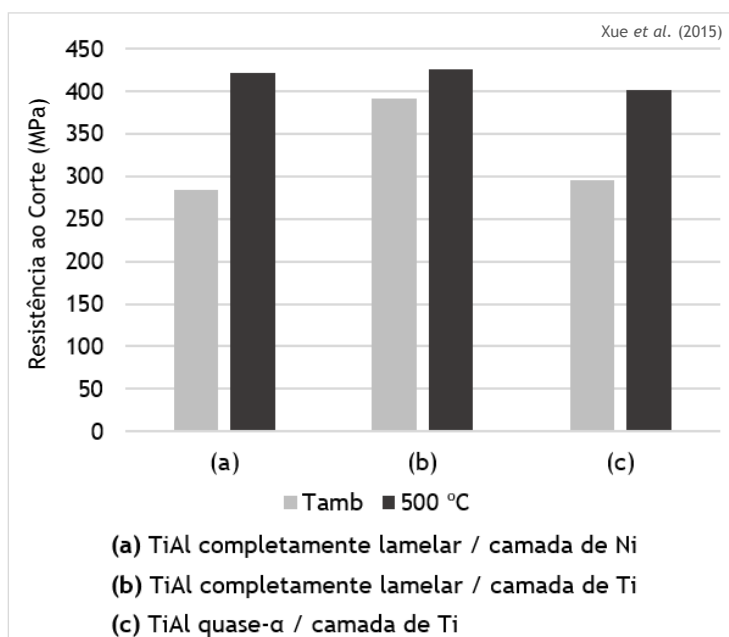


Figura 10 - Resistência à tração ligações TiAl/Ti6Al4V para as diferentes configurações [25].

A ligação por difusão tem sido até agora utilizada em diferentes aplicações, como por exemplo: para a produção de ferramentas de corte de metal duro e para a produção de componentes para a indústria aeronáutica e aeroespacial. Atualmente o progressivo desenvolvimento da microtecnologia resulta dos esforços sistemáticos de miniaturização para componentes elétricos, óticos e mecânicos. Estes componentes micro estruturados já se encontram disponíveis nas mais diversas indústrias (e.g. telecomunicações, engenharia mecânica, medicina e biotecnologia) [21, 22].

Com combinação do corte por laser com a posterior ligação por difusão é possível produzir estes componentes de pequenas dimensões. Wilden *et al.* [27] referiram que com esta técnica foi possível produzir micro permutadores de calor, onde se utilizaram 41 camadas empilhadas com a posterior ligação por difusão das mesmas, utilizando o aço AISI 304. A ligação foi efetuada à temperatura de 1000 °C, sob uma pressão de 6 MPa durante 60 minutos.

O processo de conformação superplástica e ligação por difusão (SPF/DB) tem sido bastante aplicado no processamento de componentes de Ti6Al4V. Este processo consiste na combinação de deformação plástica seguida da ligação por difusão onde são utilizadas 2 ou mais chapas de titânio, para criar uma estrutura painel endurecida. Esta técnica possibilita a produção de escudos térmicos para motores de

aviões (ver figura 11). Antes estes escudos eram produzidos através de processos de fundição, atualmente são produzidos utilizando chapas de titânio recorrendo ao processo SPF/DB. Este é um processo que permite obter uma redução de custos e de peso dos componentes, quando comparado com as técnicas mais convencionais. Recorrendo ao SPF/DB para a montagem de um escudo térmico é possível obter reduções de preço e peso na ordem dos 15% em relação a processos de fundição [23, 24].



Figura 11 - Escudo térmico de um avião fabricado através do processo SPF/DB [29].

Na tabela 3 encontram-se indicados os sistemas de materiais utilizados nos estudos referidos acima, tanto como as condições de processamento e os valores de resistência mecânica máxima das ligações obtidas.

Tabela 3 - Tabela resumo das ligações obtidas por ligação por difusão: materiais de base, ligas de brasagem, condições de processamento e resistência mecânica.

| Materiais de Base | Condições de processamento | Resistência mecânica (MPa) | Referência do estudo |
|--|----------------------------|----------------------------|----------------------|
| Ti-33Al-2Fe-1,8V-0,1B ^(a) / Ti6Al4V | 980 °C / 200 MPa / 60 min | — | [21] |
| Ti-46,5Al-2,5V-2 Cr-1,5Nb ^(a) / Ti6Al4V | 880 °C / 100 MPa / 120 min | — | [22] |
| Ti-48Al-3,7 (Cr, Nb, C) ^(b) / Ti6Al4V | 825 °C / 5 MPa / 15 min | 388 ^(c) | [23] |
| | 850 °C / 5 MPa / 15 min | 483 ^(c) | |
| Ti-47Al-2Cr-0,2S ^(b) / Ti6Al4V | 1000 °C / 20 MPa / 180 min | 235 ^(d) | [24] |
| Ti-47Al-2Nb-2Cr-0,2W-0,5B / Ti6Al4V | 915 °C / 80 MPa / 60 min | 392 ^(d) | [25] |

^(a)Percentagem ponderal; ^(b)Percentagem atômica; ^(c)Ensaio de corte; ^(d)Ensaio de tração.

Com estes estudos apresentados apurou-se a possibilidade de utilizar a técnica de ligação por difusão no estado sólido para criar ligações dissimilares entre as ligas de TiAl e Ti6Al4V, como alternativa a técnicas convencionais. Apesar desta técnica permitir a produção de ligações de qualidade e com boa resistência mecânica, verificou-se que as condições de processamento necessárias ainda são demasiado exigentes, nomeadamente as temperaturas e pressões de processamento são muito elevadas. Como alternativa pode-se utilizar multicamadas reativas para assistir o processo de ligação no estado sólido permitindo produzir ligações a temperaturas e pressões mais baixas. No próximo sub-capítulo a ligação por difusão no estado sólido com o auxílio de multicamadas Ni/Al e Ni/Ti vai ser abordada.

2.3.1. Aplicação de multicamadas na ligação por difusão

Novas abordagens a técnicas de ligação têm vindo a ser desenvolvidas de modo a superar essencialmente, o uso de elevadas temperaturas e pressões por um longo período de tempo. Uma possível estratégia para ultrapassar estas desvantagens da ligação por difusão em estado sólido é utilizar multicamadas reativas entre os materiais de base a ligar, com o objetivo de facilitar a criação da ligação ou mesmo impedir a formação de fases frágeis ao longo da interface. Existem vários sistemas de multicamadas associados a diferentes tipos de aplicações (Ni/Al [3], Ni/Ti [30], Ti/Al [31], Pt/Al [32], Ni/Zr [33]), estas multicamadas reativas são constituídas por várias camadas nanométricas alternadas de dois materiais distintos que reagem exotermicamente, proporcionando assim uma libertação de calor. As multicamadas são caracterizadas por apresentarem um período Λ (somatório da espessura de duas camadas distintas) podendo variar na gama de micrómetros a nanómetros [4, 20, 31]. Pela figura 12 é possível verificar imagens de microscopia eletrónica de transmissão (TEM) e microscopia eletrónica de transmissão e varrimento (STEM) de uma multicamada de Ni/Al com 14 nm de período.

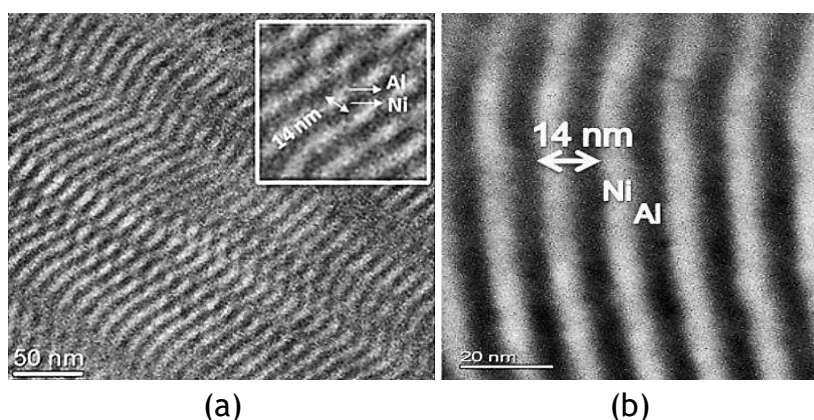


Figura 12 - Exemplo de uma multicamada reativa Ni/Al com 14nm de período. a) Imagem obtida por TEM b) Imagem obtida por STEM, é possível verificar camadas de Ni e de Al com detalhe [34].

As multicamadas reativas podem ser utilizadas na ligação por difusão no estado sólido, devido ao seu carácter nanocristalino permitem aumentar a difusidade e a reatividade da interface das superfícies a ligar, promovendo melhorias ao processo. A aplicação destas multicamadas tem aumentado nos processos de ligação por difusão no estado sólido, as vantagens da utilização de multicamadas podem ser sumarizadas da seguinte forma [5, 34, 35] :

- Modificar as condições da superfície, havendo assim menos problemas relacionados com a camada de óxido;

- Resolve problemas de compatibilidade entre ligas metálicas dissimilares;
- Como as multicamadas são metálicas, a ligação resultante tem elevada condutividade elétrica/térmica (dependendo dos materiais).
- Permite diminuir as condições de processamento das ligações por difusão.

Analisando a bibliografia disponível constatou-se que já têm sido testados diferentes sistemas de multicamadas, nomeadamente de Ni/Al e Ni/Ti, para efetuar ligações dissimilares de ligas de titânio. O sistema Ni/Al já foi testado com sucesso na ligação dissimilar entre TiAl e o aço inoxidável (AISI 310) [37] e entre TiAl e uma super liga de níquel (Inconel 718) [3].

Com o sistema de multicamadas de Ni/Ti, Simões *et al.* [30] procederam à ligação dissimilar da liga Ti6Al4V à TiNi (Ni-50,8 % at) com um período de 11 nm e com uma espessura total de 2,5 μm . As condições foram as seguintes: temperatura de 750, 800 e 900 °C, com uma pressão de 10 MPa e com tempo de ligação de 60 minutos. Ao utilizar este sistema de multicamadas os autores reportaram que se obtiveram ligações com boa qualidade para todas as condições referidas, exceto para a temperatura de 900 °C. A esta temperatura o material base Ti6Al4V sofreu deformação plástica. Através das microestruturas obtidas por SEM, várias zonas foram identificadas. A interface da ligação produzida a 800 °C pode ser dividida em 6 zonas distintas (figura 13): a zona 1a (zona adjacente ao material base Ti6Al4V) exibe grãos colunares com t.d.g. menor que a zona 1b. As zonas 2-5 apresentam pequenos grãos equiaxiais. A zona 6 (zona adjacente ao material base TiNi) consiste numa camada muito fina, com uma espessura de aproximadamente 150 nm.

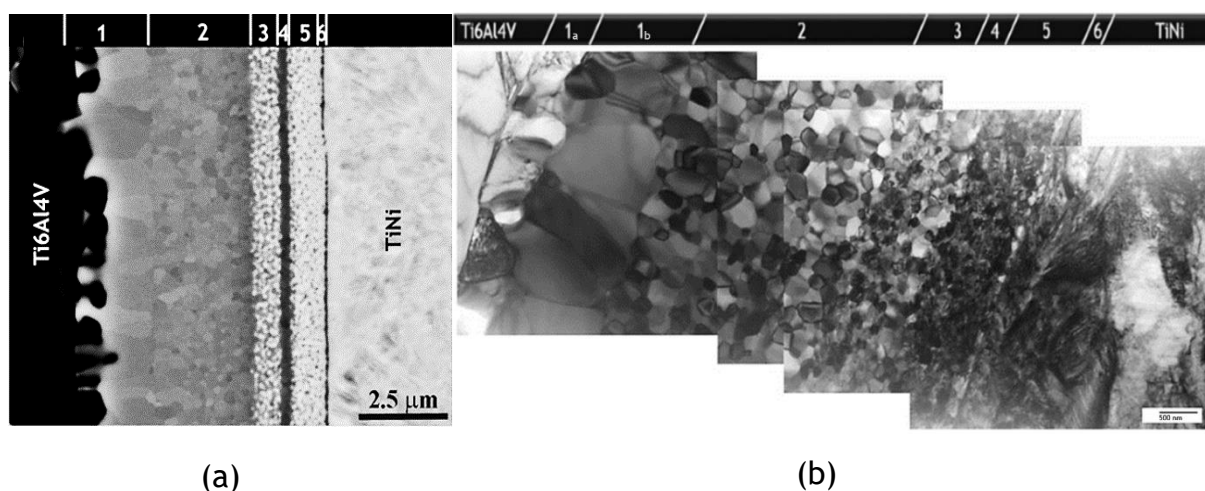


Figura 13 - Imagens obtidas por SEM (a) e TEM (b) da ligação produzida nas condições de: 800 °C/10 MPa /1 h/11 nm [30].

Pela figura 13b é possível confirmar que existe uma diminuição do tamanho de grão ao longo da interface, diminuindo de Ti6Al4V até à liga de TiNi. A interdifusão entre a liga Ti6Al4V e a multicamada Ni/Ti com o elevado coeficiente de difusão do Ti presente na fase TiNi, foi responsável pela formação da estrutura em camadas que se vê na figura 13a. Utilizando a técnica de EDS e a difração de elétrons retrodifundidos (EBSD) em conjunto, os intermetálicos presentes nas diferentes zonas foram identificados (tabela 4) [30].

Estes resultados também foram observados no estudo de Simões *et al.* (2016) [38] para as mesmas condições de processamento, apenas mudando o período da multicamada utilizada de 11 para 30 nm.

Tabela 4 - Fases presentes nas diferentes zonas da ligação [30].

| Zona | 1a | 1b | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
|-------|----------------------|--------------------|--------------------|------|--------------------|------|--------------------|
| Fases | AlNi ₂ Ti | Ti ₂ Ni | Ti ₂ Ni | TiNi | Ti ₂ Ni | TiNi | Ti ₂ Ni |

Também no estudo realizado por Cavaleiro *et al.* [39] foram utilizadas multicamadas de Ni/Ti para processar ligações entre as ligas TiNi/Ti6Al4V. O período das multicamadas usadas neste trabalho foi de 12 e 25 nm. As condições de processamento foram as seguintes: 750 °C/ 10 MPa/30 min. Os autores relataram que para as condições de processamento aplicadas, conseguiu-se produzir ligações com ausência de defeitos. Em ambas as ligações efetuadas com os períodos de 12 e 25 nm observou-se a presença da fase NiTi₂, devido à difusão de Ni proveniente da multicamada Ni/Ti em direção à liga Ti6Al4V e da difusão de Ti na direção oposta. Há assim um déficit de Ni na interface levando à formação da fase NiTi₂ na zona da ligação. A zona de reação apresenta diferentes tamanhos de grão de NiTi₂ isto acontece devido à diferença dos valores de condutividade térmica dos materiais de base.

Já foram realizados vários estudos por Simões *et al.* [2, 40] que demonstraram a possibilidade de processar ligações por difusão no estado sólido de boa qualidade entre a liga TiAl, recorrendo a multicamadas Ni/Al. Nestes trabalhos a resistência máxima ao corte foi de 314 MPa, sendo obtida para as condições de processamento de 900 °C/5 MPa/60 minutos, o período da multicamada utilizado foi de 14 nm. Estes valores de resistência mecânica foram bastante similares aos dos estudos realizados por Çam *et al.* [41, 42]. Este autor procedeu à ligação por difusão de uma liga TiAl

sem a utilização de multicamadas, a resistência ao corte máxima obtida foi de 388 MPa para as condições de processamento de 1000 °C/10 MPa/300 minutos. Pela figura 14 pode-se comparar a resistência ao corte de ligações formadas com e sem a assistência de multicamadas de Ni/Al. Foi demonstrado que a utilização de multicamadas Ni/Al foi benéfica, tendo promovido melhorias ao processo de ligação por difusão, baixando as condições necessárias para a obtenção de ligações com boa resistência mecânica e sem a presença de defeitos.

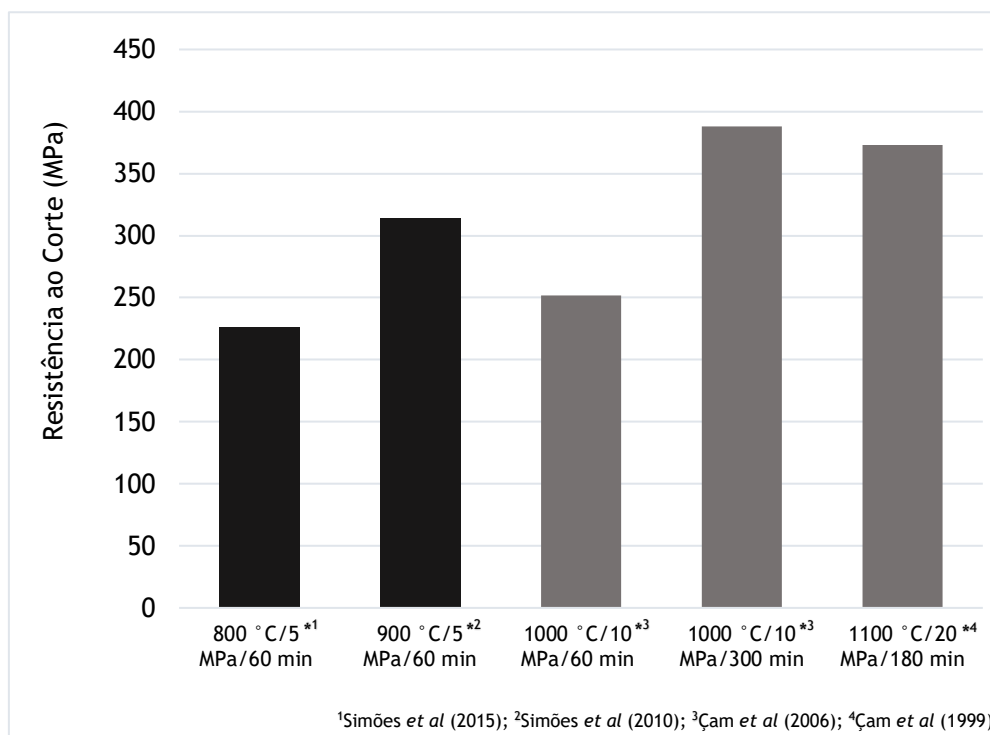


Figura 14 - Gráfico de barras comparativo da resistência ao corte média para ligações TiAl/TiAl produzidas: com (a preto) e sem (a cinzento) auxílio de multicamadas de NiAl [2, 40, 41, 42].

Com os resultados obtidos nestes estudos [2, 40, 41, 42] torna-se interessante aplicar o sistema Ni/Al no presente trabalho para criar novas ligações, como as ligações dissimilares: TiAl/Ti6Al4V; TiAl/TiNi; Ti6Al4V/TiNi. Sendo que os principais objetivos deste trabalho são: (a) a otimização das condições de processamento na ligação por difusão das ligações referidas acima; (b) avaliação da influência do nível de pressão no processamento das ligações; (c) a caracterização química e estrutural das interfaces obtidas.

É de salientar também que o estudo do sistema de multicamadas Ni/Al para unir ligas de titânio é interessante, visto que é dos sistemas que geram mais calor pela reação exotérmica que ocorre entre o níquel e o alumínio, e devido à disponibilidade e reduzido custo deste materiais [32].

3. Materiais e procedimento experimental

Como já referido, o objetivo desta dissertação é averiguar a possibilidade de criar ligações dissimilares com as ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi pelo processo de difusão no estado sólido com multicamadas reativas de Ni/Al. Neste ponto serão apresentados os diferentes materiais, técnicas e equipamentos necessários para o estudo da caracterização microestrutural, química e mecânica das ligações e dos substratos.

Na figura 15 encontra-se representado o esquema do procedimento experimental utilizado neste trabalho.

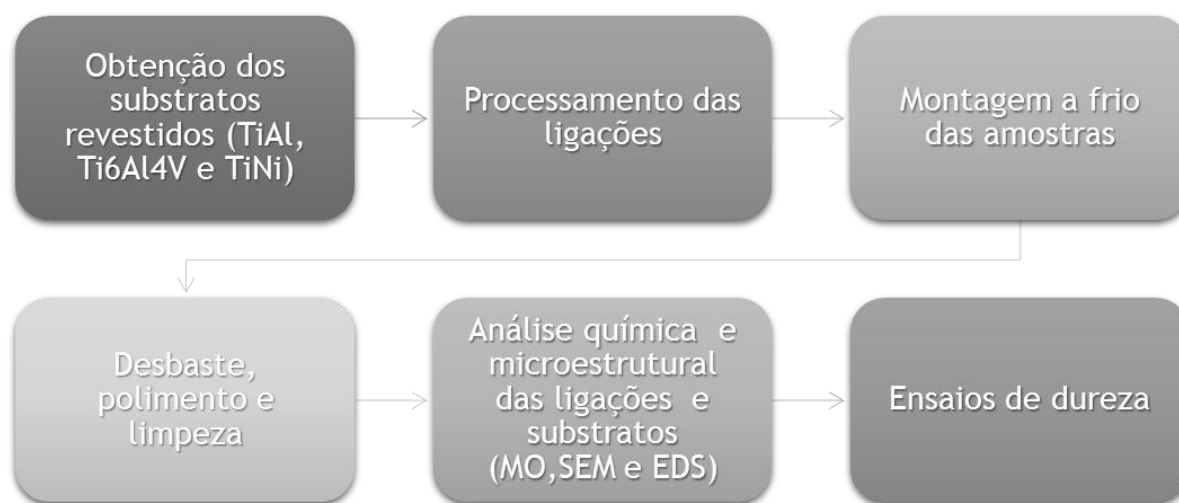


Figura 15 - Esquema do procedimento experimental

3.1. Materiais de base

Para se observar a microestrutura das diferentes ligas de titânio em microscopia ótica (MO) teve que se realizar a preparação metalográfica das amostras. Esta consistiu no polimento mecânico usando lixas de carboneto de silício pela seguinte ordem de granulometria: 120, 180, 320, 600, 1000 mesh. Depois também se realizou o polimento com suspensão de diamante de 6 e 1 μm e por fim com suspensão de sílica coloidal de 0,25 μm durante 15 minutos. Finalizada a preparação metalográfica as ligas de TiAl e Ti6Al4V foram atacadas com o reagente de *Kroll* modificado (4 % HNO_3 , 6 % HF , 23 % H_2O_2 e 67 % H_2O) e a liga de TiNi foi atacada com um reagente com a composição de: 9% HF , 45,5% HNO_3 e 45,5% CH_3COOH [43, 44].

Na figura 16 é possível observar as microestruturas de cada uma destas ligas. A liga de TiAl apresenta uma microestrutura duplex (quase lamelar), consistindo em lamelas alternadas de Ti_3Al e grãos γ (TiAl). A liga Ti6Al4V tem uma microestrutura composta pela fase lamelar β (fração escura da microestrutura), sendo que esta fase

se encontra dispersa numa matriz com uma cor mais clara (fase α). Por fim verificou-se que a liga TiNi apresenta uma microestrutura martensítica.

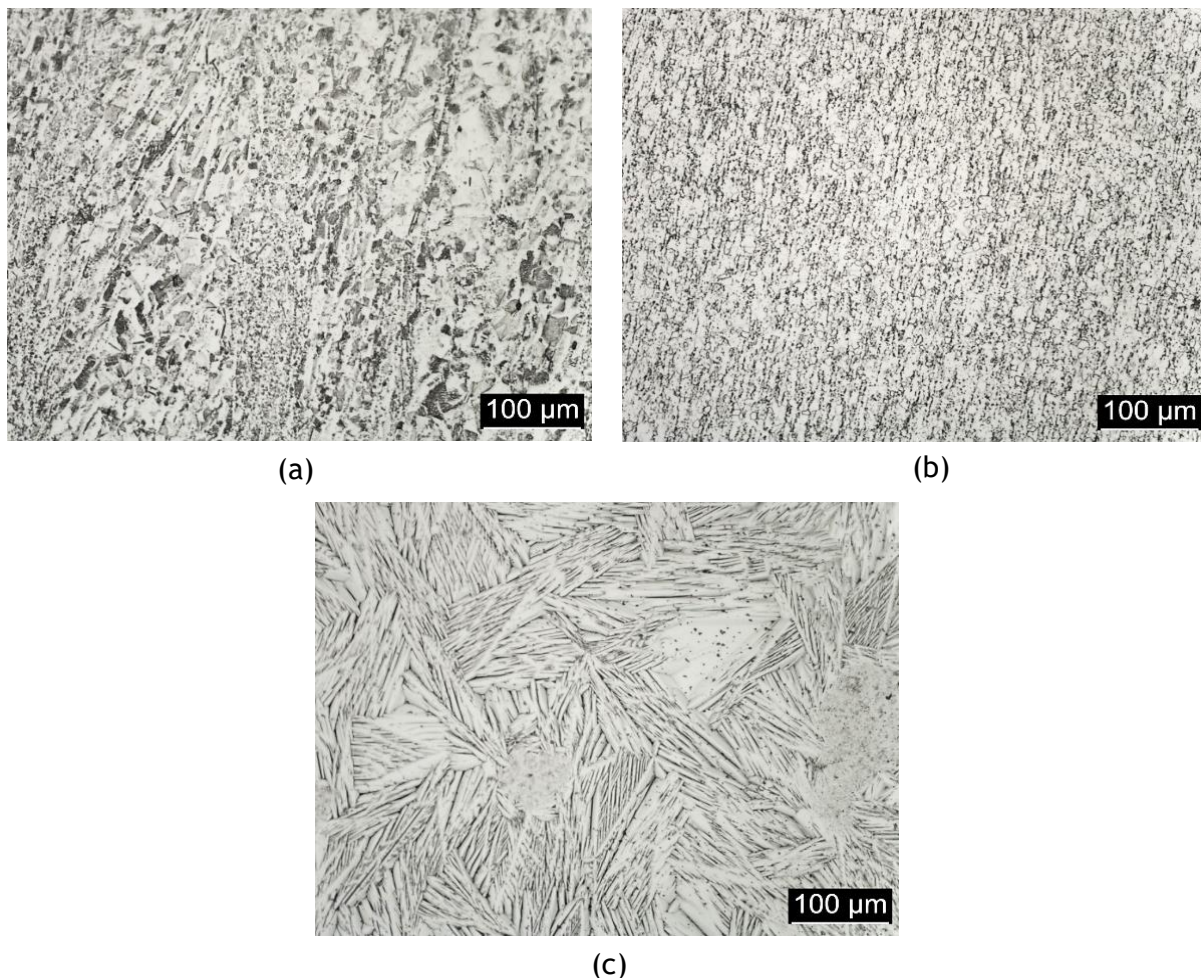


Figura 16 - Imagens obtidas por MO das microestruturas de: (a) TiAl; (b) Ti6Al4V; (c) TiNi.

As amostras utilizadas de TiNi são retangulares, as amostras de Ti6Al4V são circulares e no caso de TiAl as amostras são circulares ou retangulares. Na tabela 5 encontra-se a composição química das ligas utilizadas ao longo deste trabalho.

Tabela 5 - Composição química (% atômica) obtida por EDS das ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi.

| | | Composição química (% atômica) | | | | |
|-----------|---------|--------------------------------|------|------|-----|------|
| | | Ti | Al | Ni | V | Nb |
| Materiais | TiAl | 57,5 | 30,8 | — | — | 11,7 |
| | Ti6Al4V | 90,3 | 6,8 | — | 2,9 | — |
| | TiNi | 42,5 | — | 57,5 | — | — |

3.2. Produção de multicamadas

No presente trabalho foi utilizado o sistema de multicamadas de Ni/Al. As multicamadas depositadas sobre os substratos de TiAl, Ti6Al4V e TiNi foram fornecidas pelo Centro de Engenharia Mecânica, Materiais e Processos (CEMMPRE). Dentro das diversas técnicas para produzir multicamadas reativas, foi utilizada a pulverização catódica, que é uma técnica de deposição física em fase vapor (PVD) [4].

Esta técnica requer o uso de uma atmosfera não reativa em corrente contínua, em que para a deposição do revestimento multicamada foi utilizado um alvo metálico de Al e um alvo de Ni com uma pequena percentagem de vanádio para o tornar não magnético, com o intuito de permitir um processo mais estável. O material que se encontra no alvo é removido progressivamente pelo bombardeamento de partículas de alta energia (Ar^+), sendo depois depositado no substrato. Os substratos rodam passando alternadamente em frente ao alvo de Al e ao alvo de Ni, dando assim origem a camadas alternadas de Ni e Al. A velocidade de rotação dos substratos determina o tempo que estes estão em frente a cada um dos alvos, e, conseqüentemente, período das multicamadas [20, 45]. Neste trabalho vão ser usadas multicamadas de Ni/Al com 25 nm de período e com uma espessura total entre 2,5 e 2,7 μm (figura 17).

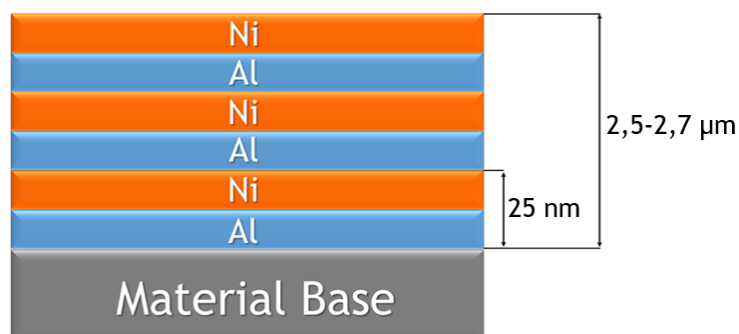


Figura 17 - Esquema da multicamada reativa Ni/Al de 25 nm depositada sobre um material base.

3.3. Processamento de ligações por difusão no estado sólido

Após os substratos estarem revestidos com as multicamadas de Ni/Al procedeu-se ao desengorduramento dos mesmos com álcool etílico e de seguida realizou-se o processamento das ligações. Na figura 19 pode-se observar o equipamento utilizado no processamento das ligações por difusão. O equipamento que foi utilizado é composto por um forno vertical que funciona com radiação infravermelha (figura 18a), que se encontra montado numa máquina de ensaios

mecânicos (figura 18b). A pressão foi empregue por dois punções de molibdénio. Os substratos revestidos foram colocados entre estes dois punções para a posterior aplicação de pressão. As amostras são colocadas dentro de um tubo de quartzo que está ligado a um sistema de vácuo capaz de obter uma pressão inferior a 10^{-5} mbar (figura 18c).



Figura 18 - Equipamento utilizado para o processamento das ligações: (a) Bomba de vácuo; (b) Máquina de ensaios mecânicos (Lloyd Instruments - LR 30K); (c) Forno vertical de infravermelhos.

Na figura 19 pode-se observar um esquema representativo do posicionamento dos substratos com multicamadas dentro do equipamento de processamento.

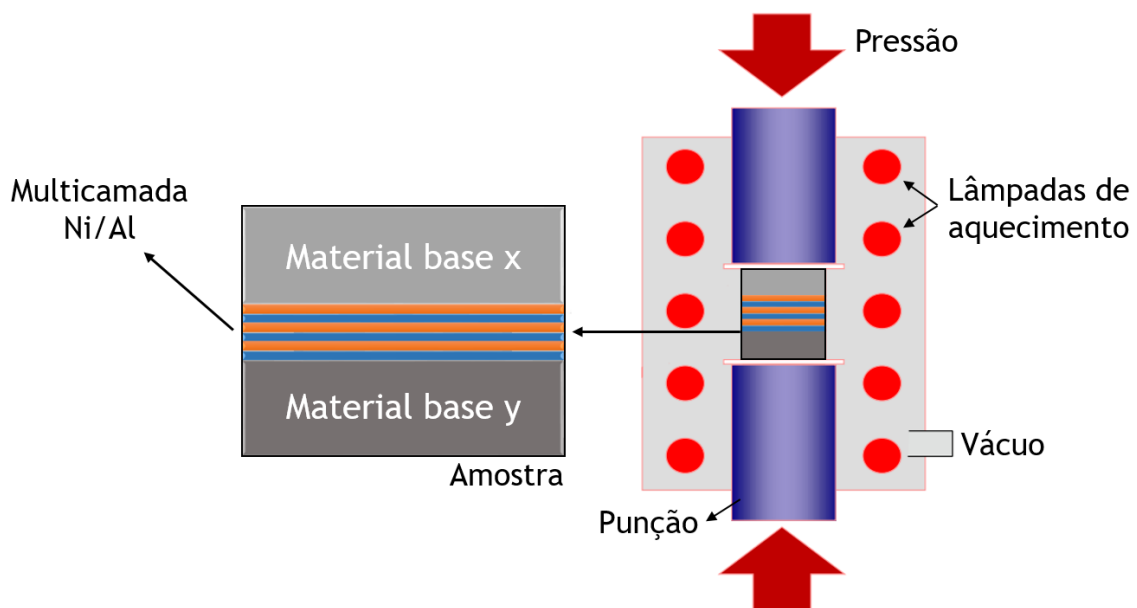


Figura 19 - Esquema representativo do posicionamento das amostras dentro do equipamento.

As ligações foram efetuadas à temperatura de 800 °C, com uma taxa de aquecimento de 10 °C/min, durante um tempo de estágio de 60 e 180 minutos. Na figura 20 está representado o ciclo térmico empregue nesta experiência. O processamento das ligações ocorreu mediante a aplicação de uma pressão de 20 e 40 MPa, sendo que durante o processamento procurava-se manter a pressão sempre constante nestes valores.

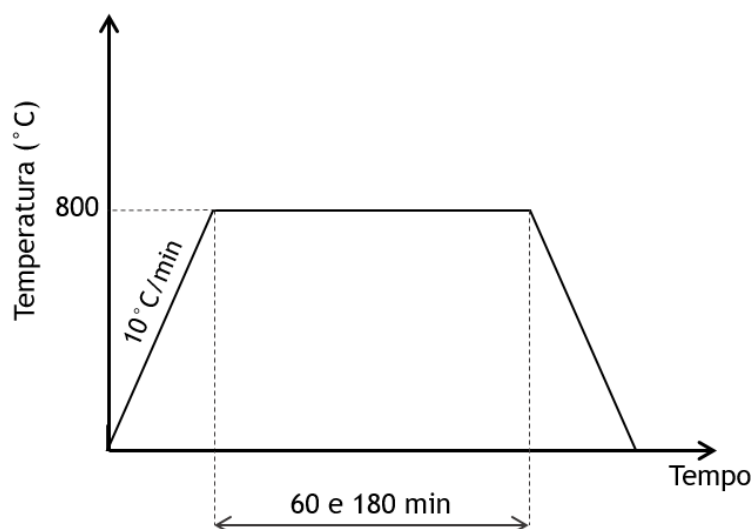


Figura 20 - Ciclo térmico empregue durante o processamento das ligações.

As condições de processamento utilizadas neste trabalho experimental encontram-se resumidas na tabela 6.

Tabela 6 - Ligações realizadas e respetivas condições de processamento.

| Ligações | Condições de processamento | Período da multicamada |
|----------------|----------------------------|------------------------|
| TiAl / Ti6Al4V | 800 °C/20 MPa/60 min | Ni/Al - 25 nm |
| | 800 °C/40 MPa/60 min | |
| | 800 °C/40 MPa/180 min | |
| TiAl / TiNi | 800 °C/20 MPa/60 min | Ni/Al - 25 nm |
| | 800 °C/40 MPa/60 min | |
| TiNi / Ti6Al4V | 800 °C/20 MPa/60 min | Ni/Al - 25 nm |

3.4. Caracterização química e microestrutural das ligações

As ligações obtidas foram submetidas a uma preparação metalográfica para se realizar a posterior análise em MO e SEM. A preparação metalográfica executada encontra-se explicada no ponto 3.1.

3.4.1. Microscopia Eletrônica de Varrimento (SEM)

O princípio de funcionamento de um microscópio eletrônico de varrimento consiste na utilização de um feixe de elétrons de pequeno diâmetro para analisar a superfície da amostra. A formação de uma imagem por SEM é dependente da aquisição de uma série de sinais, a partir da interação entre o feixe de elétrons e da amostra a analisar. Estes sinais podem ser utilizados para caracterizar a topografia da superfície, a morfologia dos constituintes (distribuição, forma e tamanho) e também para fazer a análise elementar da composição da amostra. Da interação entre o feixe de elétrons e a amostra resulta a emissão de diversos tipos de radiação e elétrons (figura 21), sendo que os sinais mais utilizados para obtenção de imagem são os elétrons secundários e/ou os elétrons retrodifundidos [46-48].

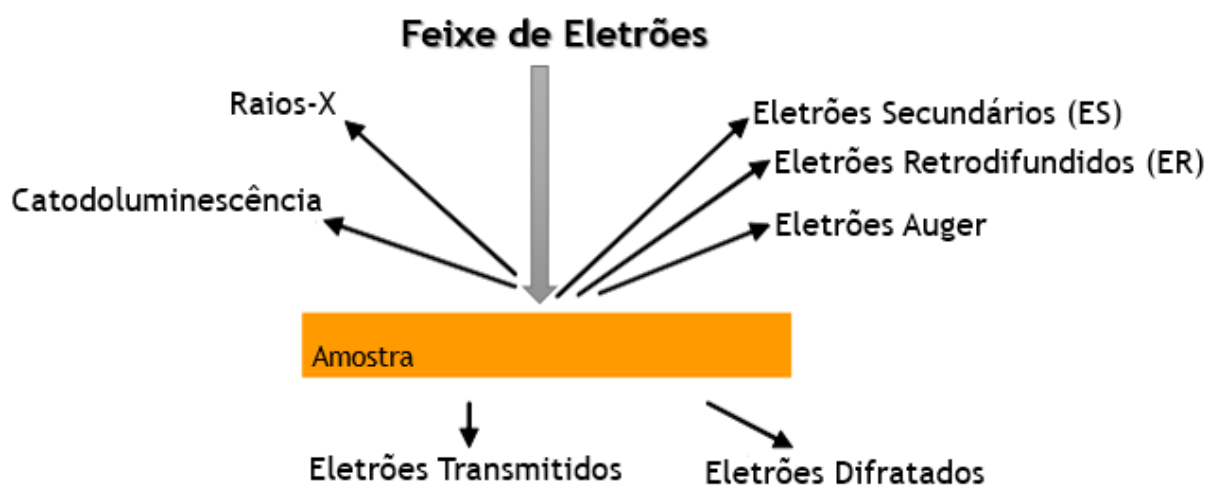


Figura 21 - Esquema referente aos sinais gerados a partir da interação entre o feixe de elétrons e a amostra a analisar. Adaptado de [47].

Os elétrons secundários são de baixa energia (<50 eV), marcam com precisão a posição do feixe e fornecem informações topográficas com boa resolução. São utilizados principalmente para contraste topográfico no SEM, por exemplo, para a visualização da morfologia superficial e rugosidade. Os elétrons retrodifundidos escapam da superfície da amostra com uma energia maior. A emissão de elétrons retrodifundidos resulta da interação elástica ou de perdas de energia. Elementos

com maiores números atômicos têm cargas mais positivas sobre o núcleo, como resultado disto, o sinal de elétrons retrodifundidos é maior. As regiões mais claras da imagem obtida são regiões onde o número atômico dos elementos presentes é maior [48].

Os raios X característicos emitidos possibilitam a análise da composição química elementar. Esta análise é efetuada por dispersão de energia dos raios X (EDS) emitidos pela amostra. A técnica de EDS é qualitativa e semi-quantitativa e permite identificar elementos e as suas proporções relativas (% atômica) [49].

A caracterização química e microestrutural das ligações foi efetuada por um microscópio eletrónico de varrimento (FEI Quanta 400FEG ESEM, EDAX Genesis X4M), equipado com um espectrómetro de dispersão de energia (EDS). No decorrer deste trabalho foi utilizada uma tensão de 15 keV.

3.5. Ensaios de dureza

A caracterização mecânica das amostras ligadas foi realizada através de ensaios de microdureza Vickers (HV 0,01). O equipamento onde foram realizados os ensaios de dureza está representado na figura 22. Para avaliar as propriedades mecânicas ao longo do material base e da interface, foram realizados cinco perfis de dureza (7 indentações em cada um) para as ligações TiAl/Ti6Al4V e TiAl/TiNi utilizando uma carga de 10g.

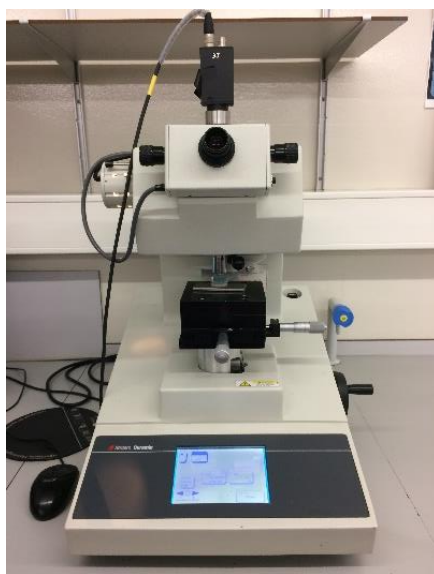


Figura 22 - Equipamento utilizado para a realização dos ensaios de dureza.

4. Apresentação e discussão de resultados

O objetivo deste capítulo consiste na apresentação e discussão de resultados referentes ao processamento de ligações dissimilares pelo processo de ligação por difusão no estado sólido (TiAl/Ti6Al4V; TiAl/TiNi; Ti6Al4V/TiNi). De maneira a promover melhorias ao processo utilizado, recorreu-se ao uso de multicamadas de Ni/Al, com o período de 25 nm e espessura total de 2,5-2,7 μm . Os restantes parâmetros utilizados foram: temperatura de ligação de 800 °C, pressão exercida de 20 e 40 MPa e tempos de estágio de 60 e 180 minutos.

De modo a simplificar a apresentação dos resultados, subdividiu-se este capítulo em 3 partes. Na primeira parte, serão apresentados os resultados alusivos à ligação dissimilar entre as ligas de TiAl e Ti6Al4V, na segunda, os resultados da ligação dissimilar entre TiAl e TiNi, finalmente na terceira parte serão apresentados os resultados relativos à ligação dissimilar entre as ligas de TiNi e Ti6Al4V.

4.1. Ligações dissimilares de TiAl e Ti6Al4V

Inicialmente realizou-se o processamento da ligação para as seguintes condições: 800 °C/20 MPa/60 min. Foi também realizada uma ligação, na qual se aumentou a pressão exercida para 40 MPa, com o propósito de promover um melhor contacto entre as superfícies dos substratos a ligar. Por fim numa terceira ligação, aumentou-se o tempo de estágio para os 180 minutos.

Na figura 23 é possível observar a interface da ligação dissimilar entre TiAl e Ti6Al4V efetuada a 800 °C/20 MPa/60 min.

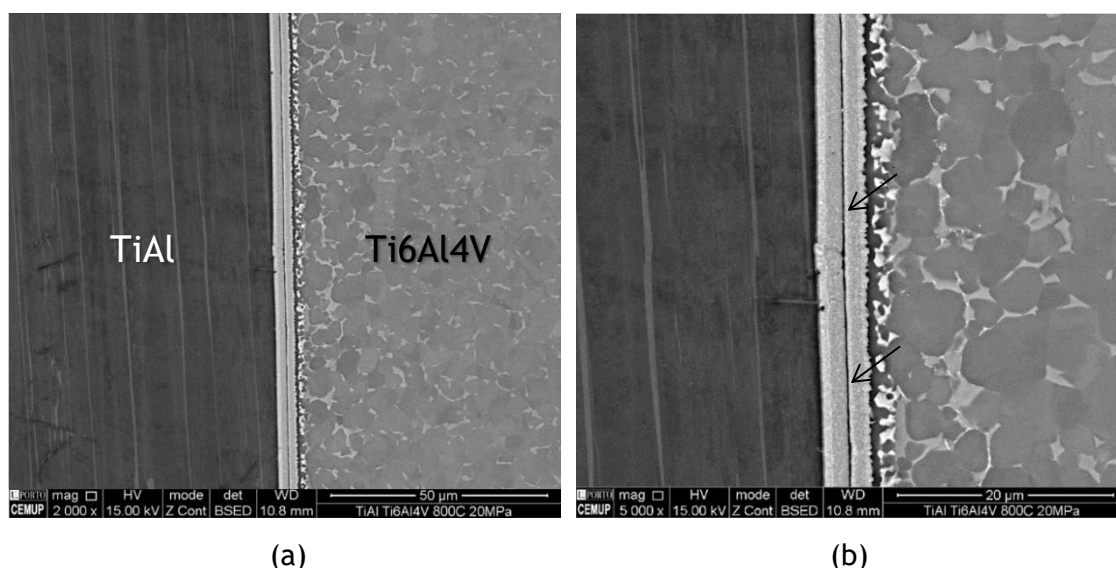


Figura 23 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/20 MPa/60 min.

Com estas condições de processamento não se conseguiu obter uma interface isenta de defeitos. Com ampliações maiores (figura 23b) verifica-se a presença de muitos defeitos como poros ao longo da interface. Estes resultados são indicativos de uma ligação efetuada sem sucesso, uma vez que a presença de poros na interface compromete severamente a resistência mecânica da liga.

Como os resultados obtidos para as condições de processamento anteriores não foram satisfatórios, a pressão aplicada durante o processo foi aumentada para 40 MPa. Os parâmetros utilizados nesta ligação foram então os seguintes: 800 °C/40 MPa/60 min. Pela análise das figuras 23 e 24, é notória a diferença entre utilizar 20 MPa ou 40 MPa de pressão. Aumentar o nível de pressão durante o processo de ligação, fez com que se promovesse um melhor contacto entre os materiais de base utilizados, reduzindo drasticamente a quantidade de poros presentes na interface. Isto resulta numa ligação efetuada com sucesso, pois a interface encontra-se aparentemente isenta de defeitos, apesar disto a linha de ligação ainda é claramente visível. A interface é caracterizada por exibir uma espessura muito fina de cerca de $5,38 \mu\text{m} \pm 0,05$, que corresponde sensivelmente à espessura dos revestimentos multicamada.

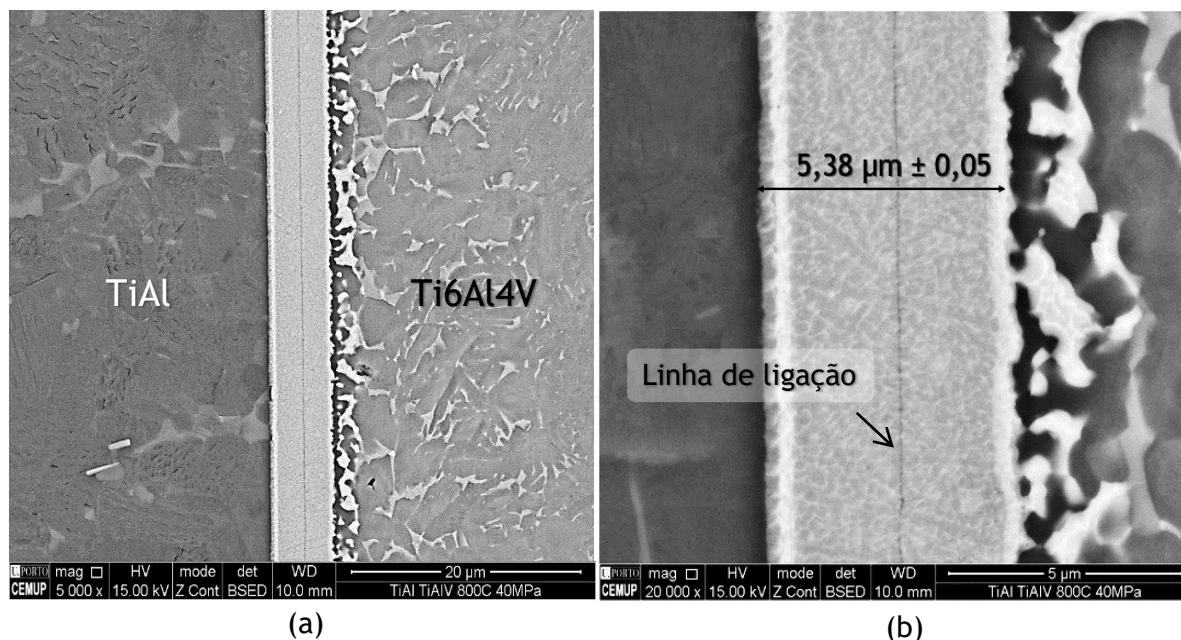


Figura 24 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min (no centro da ligação).

Apesar de se ter obtido bons resultados para estas condições, as imagens apresentadas na figura 24 são apenas representativas da zona mais central da ligação processada. Houve regiões perto da extremidade da amostra que apresentaram zonas

não ligadas, isto é, zonas com defeitos como poros no centro da interface e fissuras perpendiculares à interface. Na figura 25 pode-se observar a presença destes defeitos, nomeadamente poros e uma fissura (seta preta).

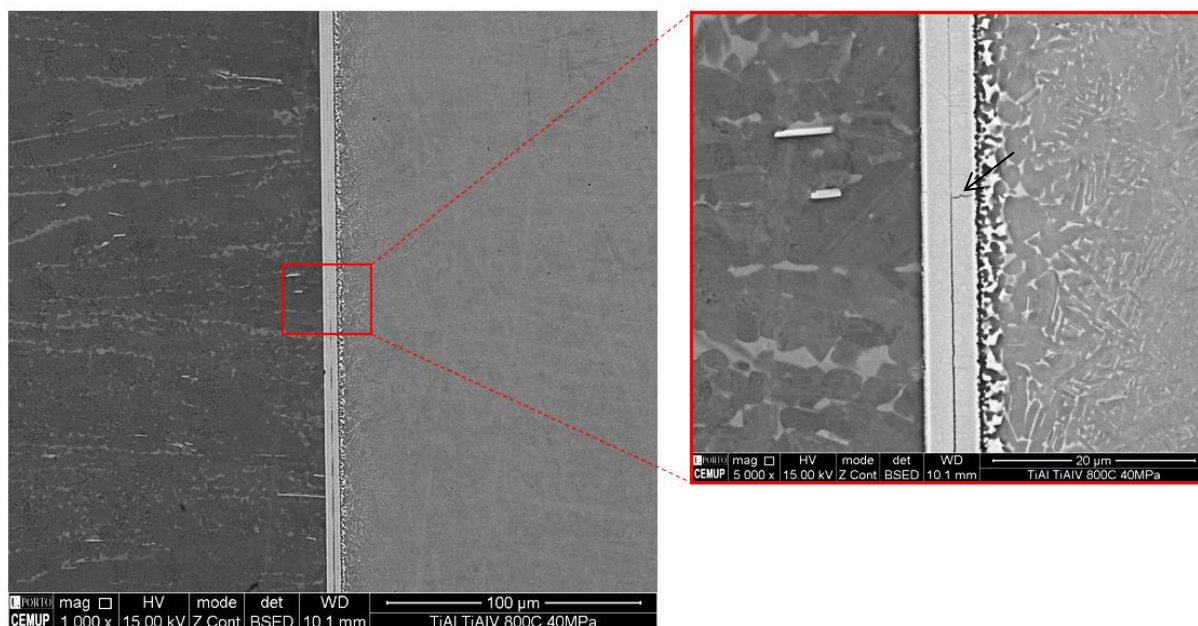


Figura 25 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min (na extremidade da ligação).

Isto aconteceu porque os substratos não estavam 100 % em contacto durante o processamento das ligações, não sendo possível obter uma ligação contínua por toda a interface.

Na figura 26 identificaram-se cinco camadas de reação distintas. Estas camadas foram designadas por: **Z1**, **Z2**, **Z3**, **Z4** e **Z5**, desde o substrato TiAl até ao substrato Ti6Al4V, estando ainda assinalados mais 3 constituintes já no domínio da liga Ti6Al4V (**Z6**, **Z7** e **Z8**). Os substratos apresentam uma tonalidade mais escura que o resto da interface, a zona mais próxima do substrato de TiAl (**Z1**) tem uma tonalidade intermédia (cinzenta), quando comparada com a camada mais fina da interface (**Z2**) que apresenta uma tonalidade clara, possivelmente pelo teor de níquel ser superior. As zonas **Z3** e **Z4** apresentam uma tonalidade praticamente idêntica, o que se pode traduzir numa composição química semelhante. As zonas **Z5** e **Z6** são mais claras; a zona **Z7** exibe uma tonalidade intermédia, e por fim a zona **Z8** apresenta uma tonalidade já mais próxima do substrato Ti6Al4V. A tabela e o gráfico da figura 27 indicam a composição química em percentagem atómica das diferentes zonas analisadas.

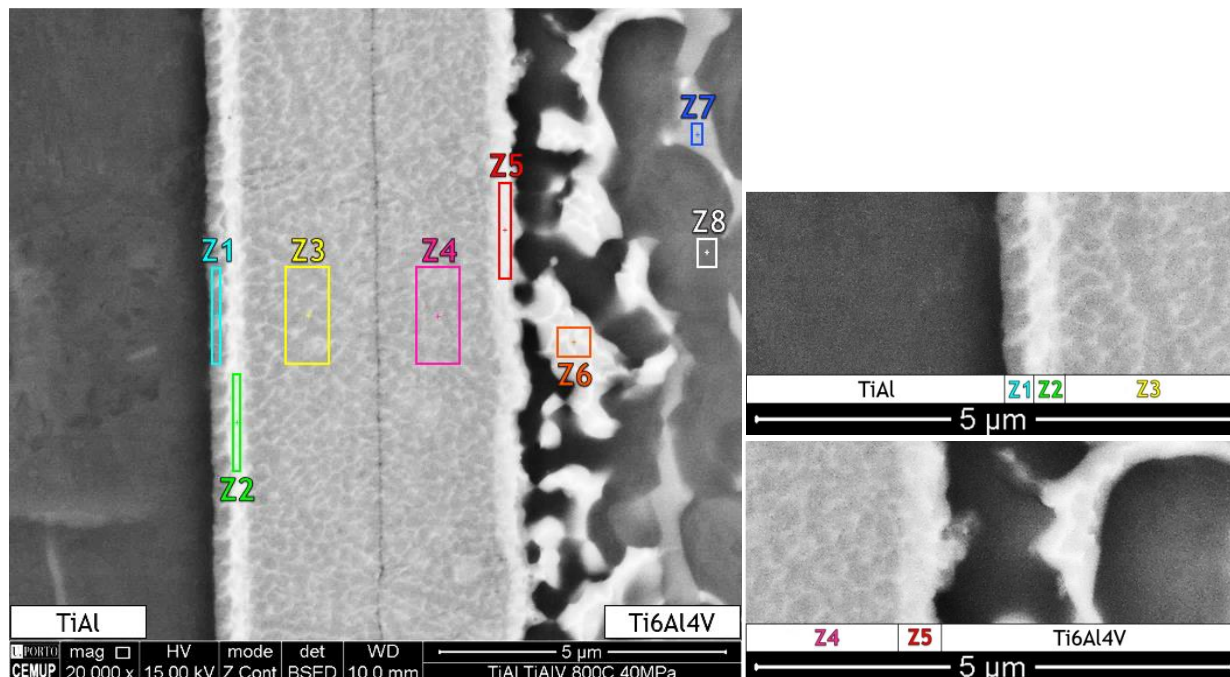


Figura 26 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min, com as várias zonas analisadas por EDS.

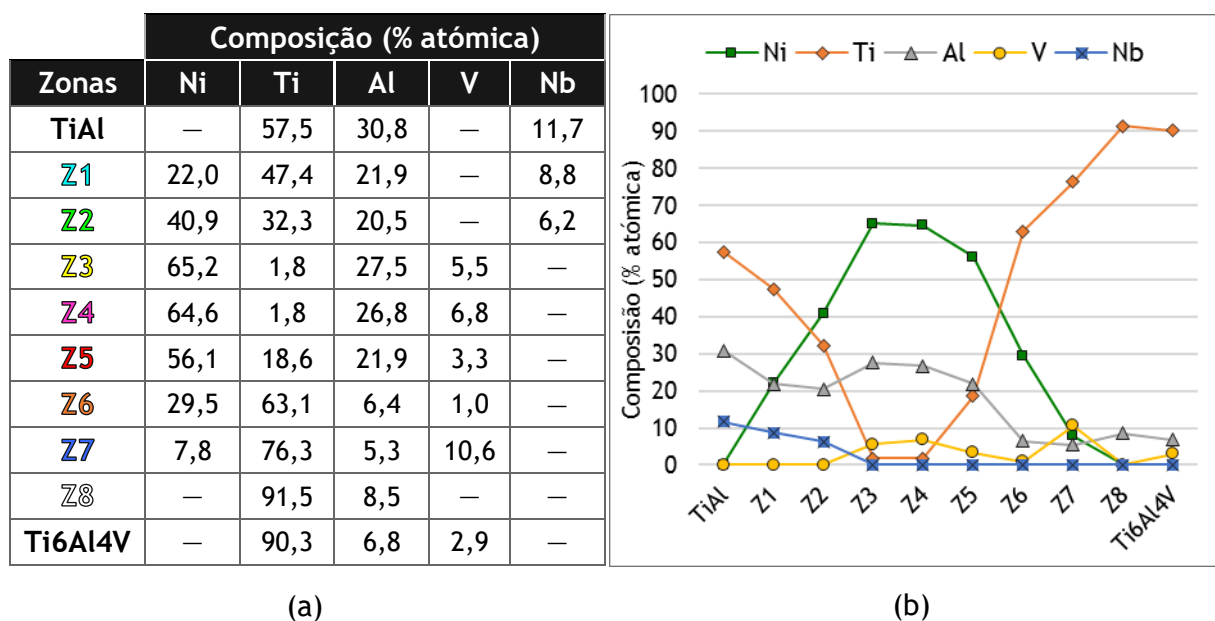


Figura 27 - (a) Tabela com a composição química (% atômica) da interface TiAl/Ti6Al4V determinada por EDS; (b) Gráfico representativo da variação da composição química ao longo da interface.

Analizando o gráfico da figura 27b, apurou-se que ocorreu difusão de titânio proveniente dos dois substratos (TiAl e Ti6Al4V) para a intercamada, com teor decrescente à medida que nos aproximamos da zona mais central da interface (Z3 e Z4). Também foi possível confirmar que houve um fluxo de átomos de níquel proveniente da multicamada, em direção às zonas adjacentes aos substratos. É

notório que o teor de níquel foi máximo no centro da interface, tendo decrescido gradualmente à medida que se aproximava dos substratos. Foi possível conferir que as zonas Z3 e Z4 apresentaram composições químicas muito semelhantes, sendo provavelmente compostas pela mesma fase. A esta temperatura constatou-se que ocorreu difusão de níquel da multicamada para o substrato de Ti6Al4V ao longo de toda a interface, contribuindo assim para a formação do constituinte identificado na zona Z6, tal como se pode ver assinalado a laranja na figura 28a.

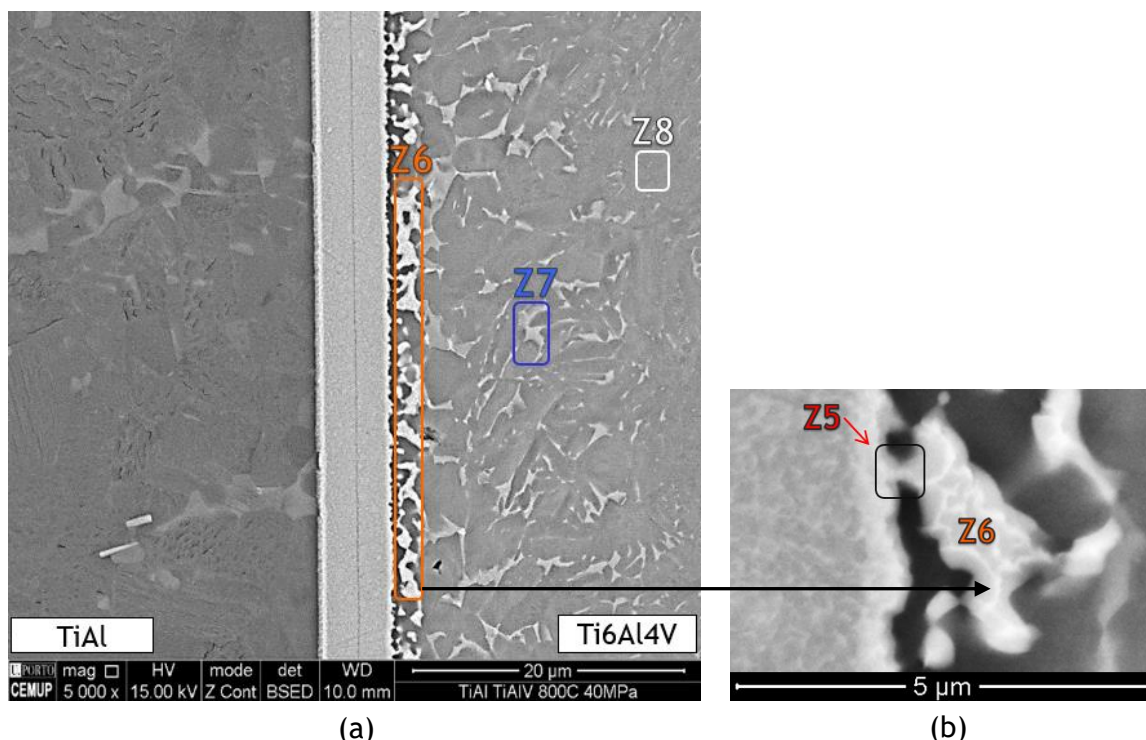


Figura 28 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/60 min. (a) constituinte identificado em Z6 ao longo da interface e os constituintes identificados em Z7 e Z8; (b) ampliação da região onde se verifica o prolongamento de Z5 no substrato de Ti6Al4V.

Na figura 28b pode observar-se uma ampliação da zona da interface, na qual são notórios prolongamentos da zona Z5 no substrato de Ti6Al4V. A presença de algum nióbio da liga TiAl nas camadas Z1 e Z2, também comprova a difusão ocorrida entre o filme multicamada e a liga TiAl. A presença de níquel proveniente da interface, que é possível identificar na zona Z7, só deixa de estar presente no substrato (Ti6Al4V) depois de aproximadamente 25 μm. É de salientar que foi nesta zona que se detetou um máximo no teor de V. Constatou-se que a microestrutura do substrato sofreu alterações perto da interface. A presença de vanádio nas camadas Z3, Z4 e Z5 pode ser explicada pelo facto de as multicamadas Ni/Al terem na sua composição um pequeno teor deste elemento e (ou) pela difusão de V proveniente da liga Ti6Al4V.

Uma vez que estas zonas são principalmente constituídas por titânio, níquel e alumínio, a combinação dos resultados de EDS com diagrama de equilíbrio ternário de Ti-Ni-Al pode fornecer informação importante que possibilite fazer uma estimativa do tipo de fases que constituem as zonas analisadas. A secção isotérmica do diagrama ternário Ti-Ni-Al a 750 °C fornece uma boa aproximação às condições de equilíbrio, admitindo que abaixo de 750 °C não se verifica nenhuma reação invariante. É também importante referir que a identificação das fases por este método não é 100% fidedigna, isto porque: (1) a análise química efetuada por EDS é qualitativa e semi-quantitativa, logo não apresenta de forma exata a composição química analisada; (2) Elementos como o nióbio e o vanádio, presentes apenas em pequenas quantidades, não foram considerados na identificação das fases pelo diagrama ternário Ti-Ni-Al; (3) Existe um volume de interação intrínseco à técnica de EDS, pelo que a composição química de uma região poderá ser sempre afetada pela composição das regiões vizinhas, afetando principalmente zonas analisadas com pequena espessura como é o caso da zona Z1 e Z2; (4) Os pontos marcados no diagrama ternário correspondem à secção isotérmica a 750 °C e não à T_{amb}. Com o diagrama ternário apresentado na figura 29a [50] procedeu-se à identificação das possíveis fases presentes em cada zona analisada previamente por EDS. As fases identificadas estão apresentadas na tabela da figura 29b.

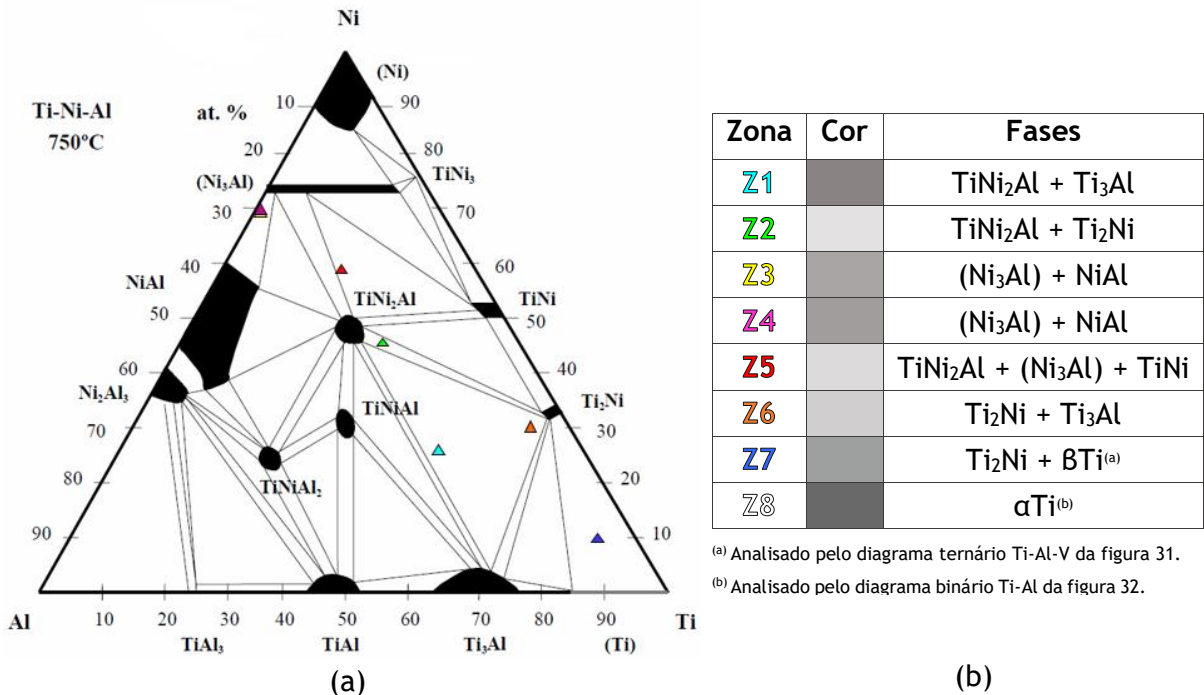


Figura 29 - (a) Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Ni-Al a 750 °C, onde são indicadas as composições das zonas analisadas por EDS [50]; (b) Tabela com as fases identificadas, obtida com a conjugação do diagrama ternário e resultados obtidos por EDS. (Ligação TiAl/Ti6Al4V).

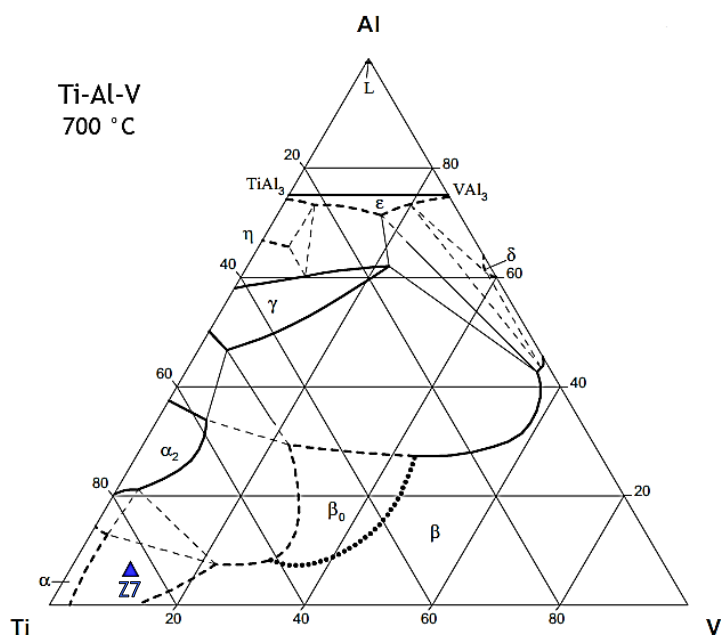


Figura 30 - Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Al-V, onde esta indicada a composição da zona **Z7** analisada por EDS [51].

Pelo diagrama ternário apresentado, observou-se que a área analisada na zona polifásica **Z1** é constituída por TiNi_2Al + Ti_3Al , descartou-se a possibilidade de Ti_2Ni estar presente porque o ponto assinalado no diagrama encontra-se longe desta fase. A zona bifásica **Z2** é formada por TiNi_2Al + Ti_2Ni . As camadas **Z3** e **Z4** são também bifásicas, e são formadas pelas fases (Ni_3Al) + NiAl . Isto acontece porque o teor de Ni foi superior ao de Al nestas duas zonas. O excesso de Ni presente reagiu com NiAl dando assim origem à fase (Ni_3Al) . A presença deste intermetálico poderá comprometer as propriedades da junta a baixa temperatura, pela razão de este ser um intermetálico frágil. A camada **Z5** é constituída pelas fases TiNi_2Al + (Ni_3Al) + TiNi . A análise da imagem da interface obtida, indica que provavelmente o constituinte presente em **Z6** é bifásico, pelo facto de apresentar duas tonalidades diferentes (cinzento claro + branco). Esta zona encontra-se marcada no diagrama no domínio trifásico TiNi_2Al + Ti_2Ni + Ti_3Al . Apesar disto as fases mais prováveis presentes na zona **Z6** são as Ti_2Ni + Ti_3Al tendo em conta a composição química medida, a tonalidade, e o facto de a zona assinalada no diagrama ternário estar mais próxima destas 2 fases. Analisando a imagem da interface, verificou-se que a zona **Z7** aparenta ser composta por um constituinte monofásico, visto que apresenta sempre a mesma tonalidade. Contudo pelos pontos correspondentes às composições químicas assinaladas nos diagramas ternários de Ti-Ni-Al e Ti-Al-V (figura 30), há a indicação que o constituinte é formado pelas fases: Ti_2Ni + βTi . Por último

identificou-se a fase α Ti na zona Z8, recorrendo ao diagrama de equilíbrio binário de Ti-Al, representado na figura 31 [52].

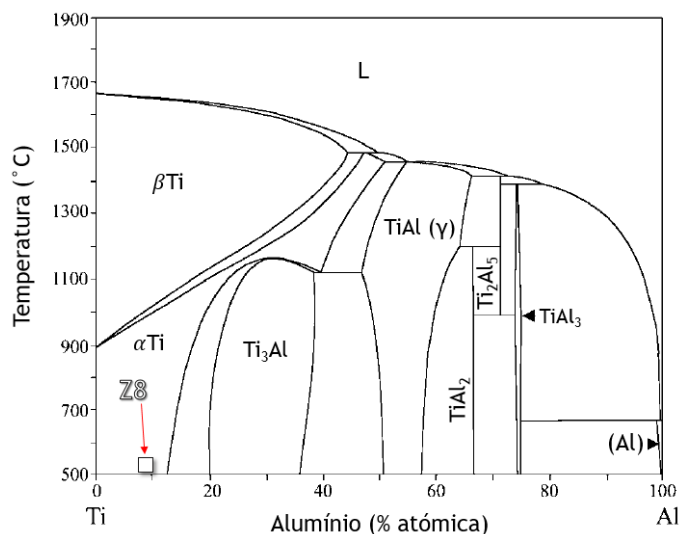


Figura 31 - Diagrama de equilíbrio do sistema binário Ti-Al. Adaptado de [52].

Para avaliar as propriedades mecânicas da ligação, foram realizados perfis de durezas ao longo do material base e da interface. A média dos perfis de durezas ao longo da ligação dissimilar de TiAl e Ti6Al4V está apresentado na figura 32. Pela variação da dureza Vickers observada, constata-se que o valor de dureza máximo de 913 ± 53 HV0,01 é obtido no ponto d (na interface), tal como esperado. Este grande aumento da dureza na interface pode ser explicado pela presença das fases anteriormente indicadas, e também pelo facto de estas fases possuírem um tamanho de grão nanométrico.

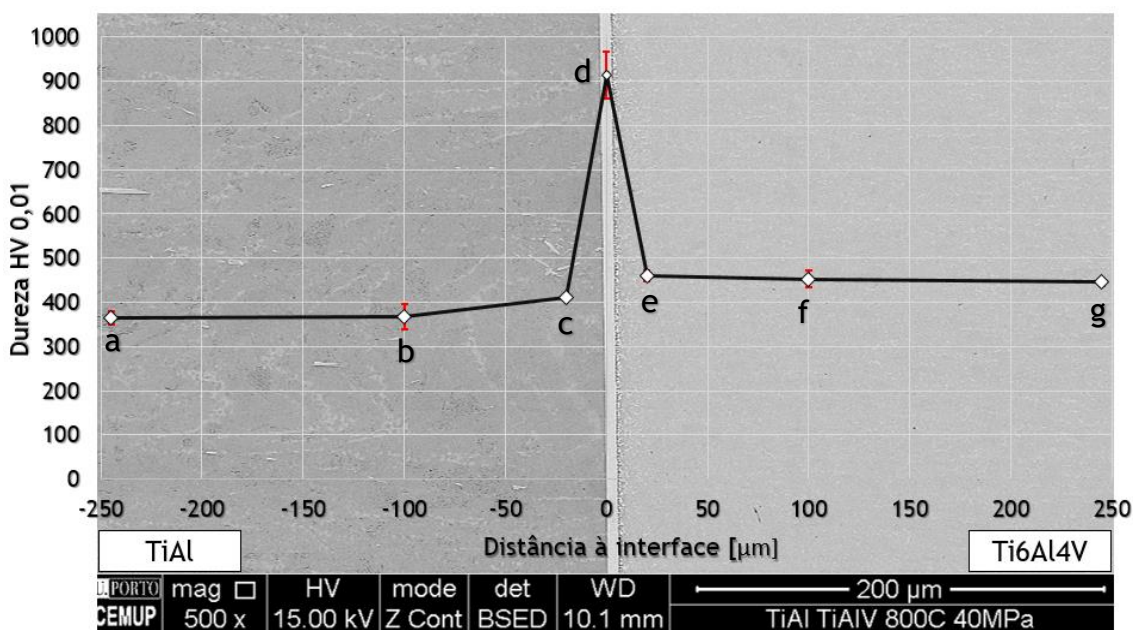


Figura 32 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V com a variação da microdureza Vickers.

Na figura 33 encontra-se apresentada uma ampliação das indentações realizadas, para um dos perfis de dureza.

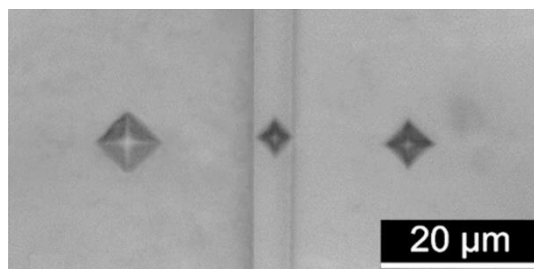


Figura 33 - Imagem obtida por MO das indentações efetuadas (c,d,e) ao longo do substrato TiAl, interface e Ti6Al4V.

Foi ainda realizada uma terceira ligação entre TiAl e Ti6Al4V a 800 °C, sob uma pressão de 40 MPa, na qual apenas se mudou o tempo de estágio para 180 minutos. Com estas condições de processamento não foram obtidos os melhores resultados, isto porque se observou uma elevada deformação plástica nos substratos utilizados. Através da figura apresentada em baixo é possível comparar uma amostra sem deformação plástica (figura 34a) e com deformação plástica (figura 34b).

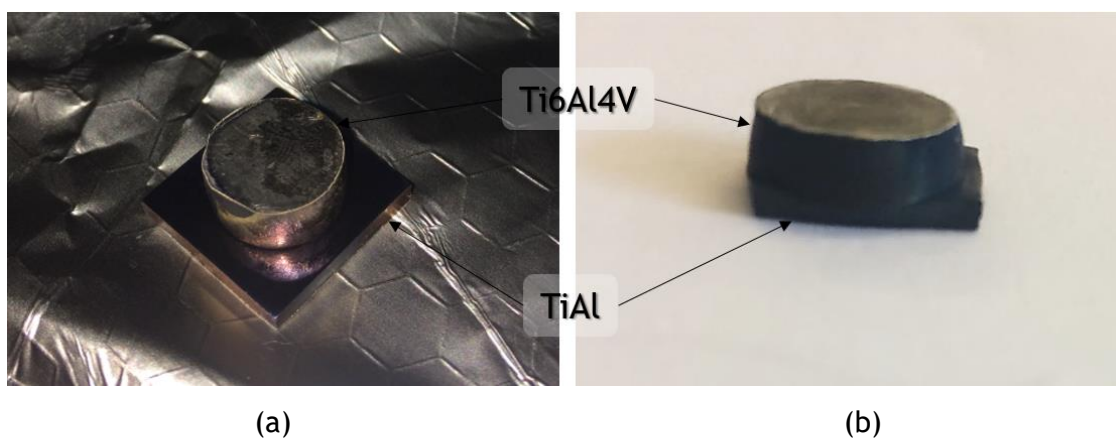


Figura 34 - (a) amostra sem deformação plástica dos substratos (800 °C/20 MPa/60 min). (b) amostra com deformação plástica dos substratos (800 °C/40 MPa/180 min).

A deformação plástica dos substratos pode ser resultante de um tempo de estágio de elevada duração (180 minutos) em conjunto com uma pressão aplicada de 40 MPa. A figura 35 obtida por MO permite verificar a deformação dos materiais de base com maior detalhe.

Além dos materiais de base terem demonstrado deformação plástica, a ligação realizada para estas condições de processamento falhou, uma vez que a interface apresenta elevada porosidade, tal como se pode observar na figura 36.

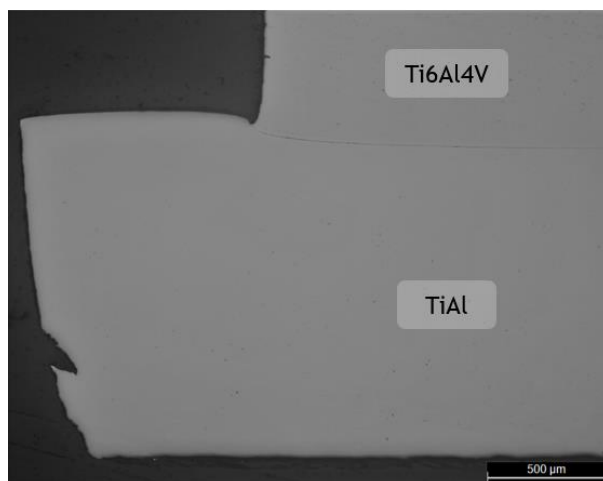


Figura 35 - Imagem obtida por MO, na qual se pode observar a deformação plástica que ocorreu durante o processamento nos materiais de base Ti6Al4V e TiAl.

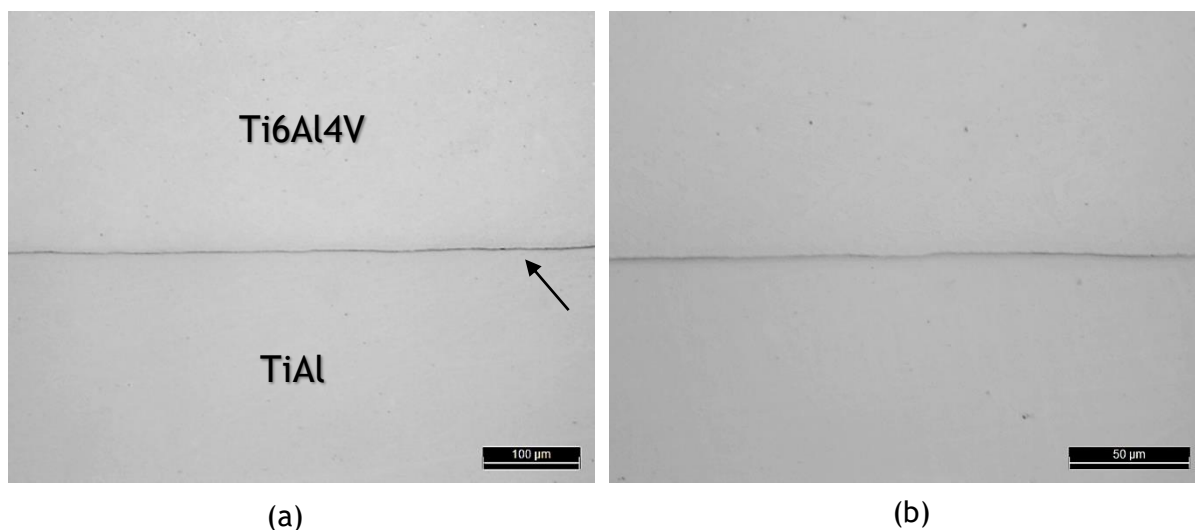


Figura 36 - Imagens obtidas por MO da ligação TiAl/Ti6Al4V realizada a 800 °C/40 MPa/180 min.

Os resultados obtidos permitem constatar que o sistema de multicamadas Ni/Al apresentou vantagens na produção de ligações dissimilares entre as ligas de titânio TiAl e Ti6Al4V. Comparando com a bibliografia disponível verificou-se que o uso de multicamadas reativas foi benéfico para assistir o processo de ligação por difusão no estado sólido, permitindo diminuir as condições de processamento convencionais (por exemplo 980 °C /200 MPa/60 min [21] e 880 °C/100 MPa/120 min [22]) para 800 °C/40 MPa/60 min.

4.2. Ligações dissimilares de TiAl e TiNi

Foi realizada outra ligação dissimilar desta vez entre a liga de TiAl e TiNi, na qual se procedeu ao estudo sobre a influência da pressão que é exercida nas amostras a serem ligadas (20 MPa e 40 MPa). As condições testadas para a primeira ligação foram idênticas às usadas na anterior ligação dissimilar (800 °C/20 MPa/60 min). Na figura 37 estão apresentadas imagens com várias ampliações para a ligação efetuada nestas condições.

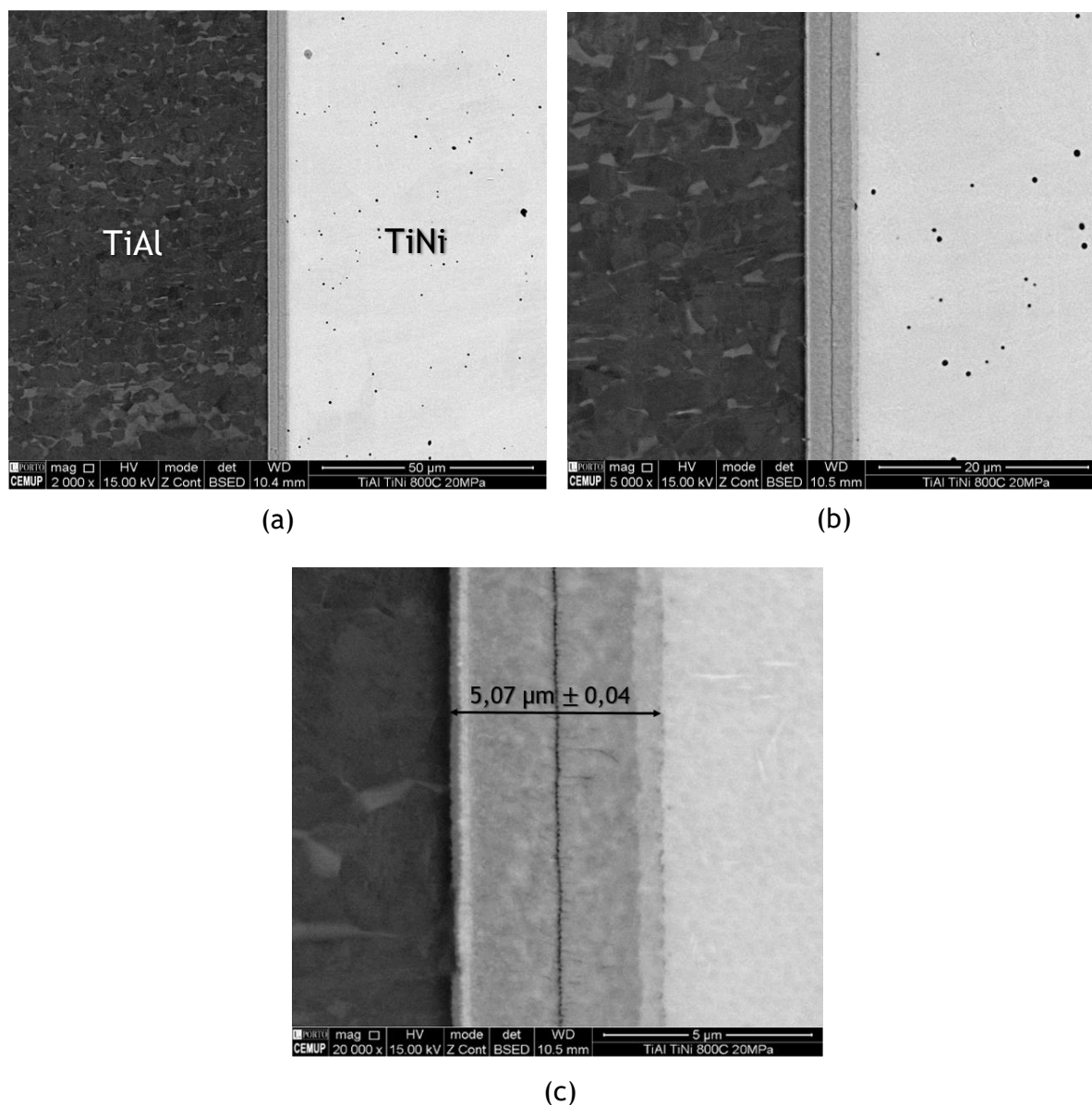


Figura 37 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/20 MPa/60 min.

Tal como aconteceu para a ligação TiAl/Ti6Al4V a pressão aplicada de 20 MPa não foi suficiente para promover uma união de qualidade entre os substratos de TiAl e TiNi. É notória a presença de muitos defeitos como poros e fissuras perpendiculares

à interface, tal como se pode ver pela figura 38c. A espessura da interface neste caso foi de 5,07 μm .

Foi testada ainda uma ligação na qual se aumentou a pressão para 40 MPa, tendo-se mantido as restantes condições de processamento (800 °C/40 MPa/60 min). Ao aumentar a pressão aplicada, esta ligação apresentou fortes melhorias comparativamente à ligação anterior, como se confirma pela análise comparativa das figuras 37c e 38b. Tal como aconteceu para a ligação dissimilar TiAl/Ti6Al4V, o aumento da pressão fez com que se promovesse um melhor contacto entre os materiais de base utilizados, diminuindo significativamente a presença de poros na interface. Contudo a linha de ligação ainda é perceptível.

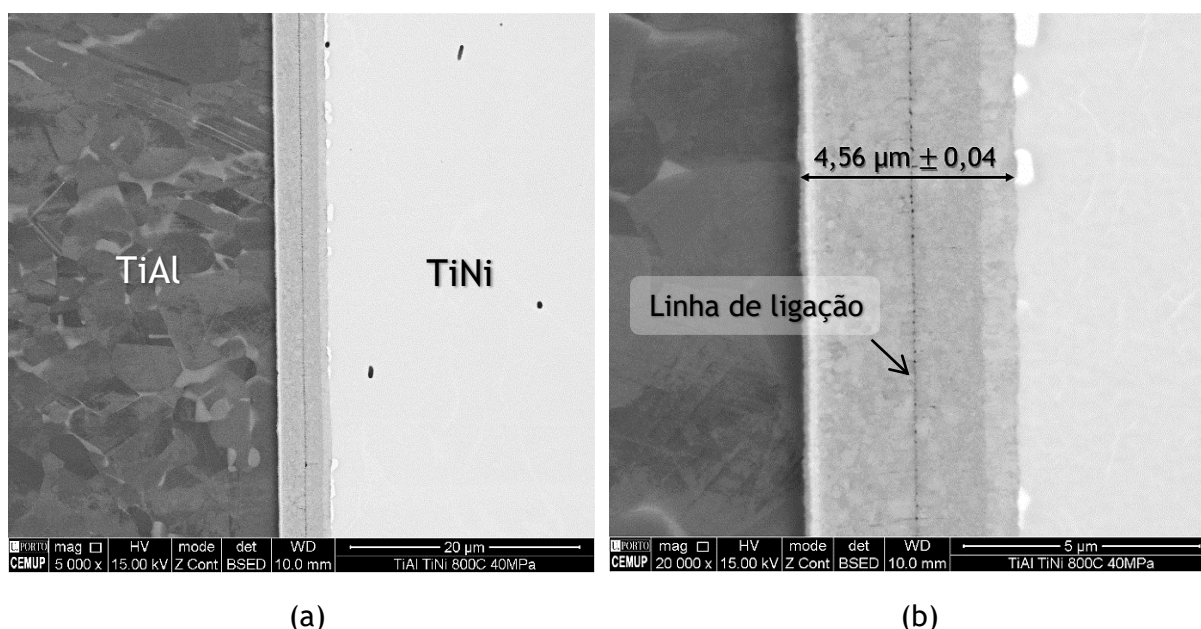


Figura 38 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min.

É de notar que o aumento da pressão provocou uma ligeira diminuição na espessura da interface (4,56 $\mu\text{m} \pm 0,04$). Apesar de se ter obtido melhorias significativas, os resultados não foram os melhores. Pela figura 39 (maiores ampliações) constata-se que a interface apresenta ainda alguns poros e fissuras perpendiculares ao centro da interface. Estas fissuras poderão ter surgido pela divergência entre os coeficientes de dilatação da interface e do material base. Além disto a amostra apresentou zonas não ligadas próximas da extremidade, tal como se pode observar pela imagem obtida por microscopia ótica na figura 40. Isto pode ter acontecido pelo facto de os 2 substratos não estarem 100 % em contacto durante o processamento das ligações.

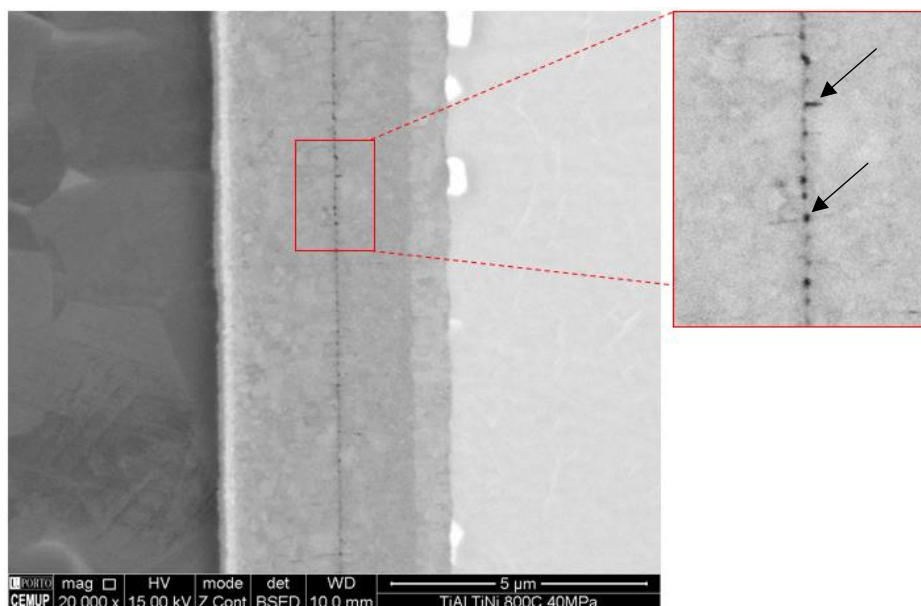


Figura 39 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min. Observa-se a presença de poros e de pequenas fissuras perpendiculares na linha de ligação.

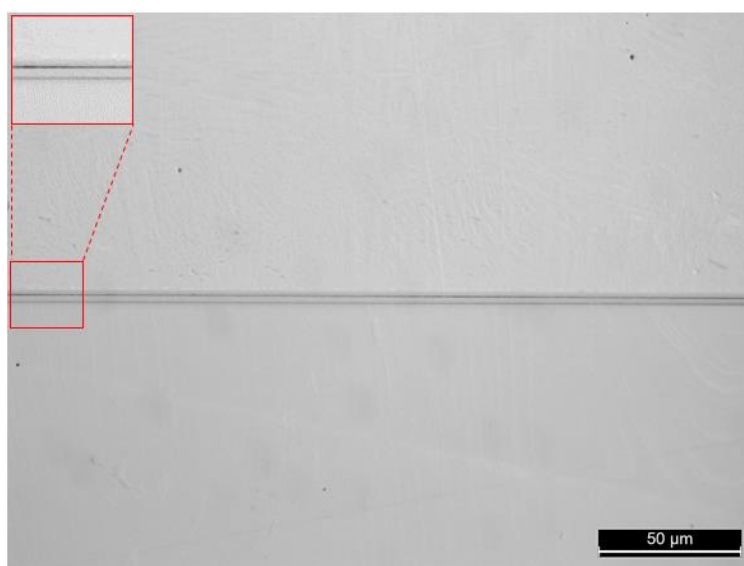


Figura 40 - Imagem obtida por MO da ligação TiAl/TiNi processada a 800 °C/20 MPa/60 min. Esta imagem da interface corresponde a uma zona perto da extremidade da amostra.

Na figura 41 foram identificadas cinco camadas de reação diferentes. Estas camadas foram designadas por: **Z1**, **Z2**, **Z3**, **Z4** e **Z5**, desde o substrato TiAl até ao substrato TiNi, estando ainda assinalado mais um constituinte já no domínio da liga TiNi (**Z6**).

A tabela e o gráfico da figura 42 indicam a composição química em percentagem atômica destas diferentes zonas analisadas.

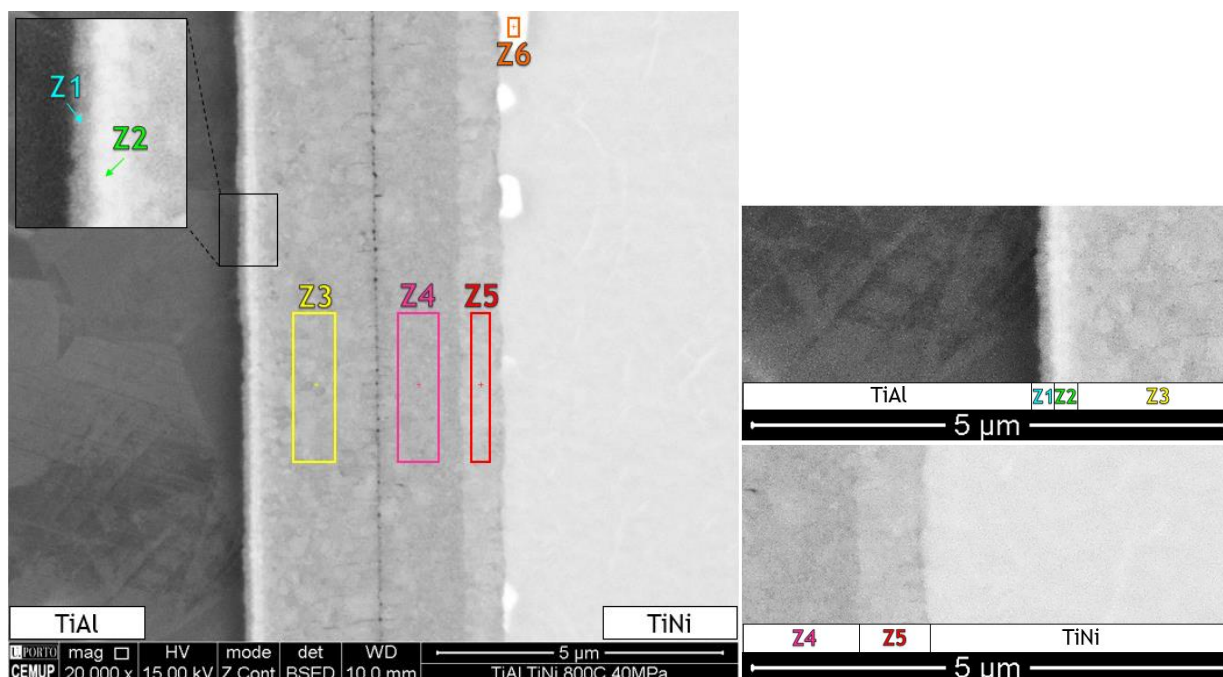


Figura 41 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min, com as várias zonas analisadas por EDS.

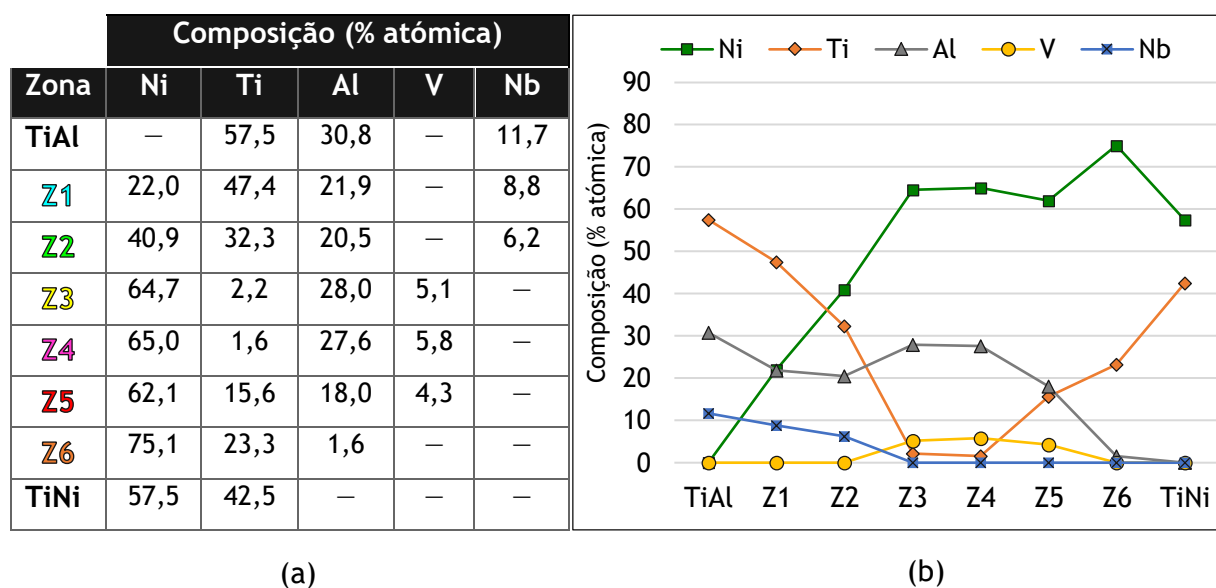


Figura 42 - (a) Tabela com a composição química (% atômica) da interface TiAl/TiNi determinada por EDS; (b) Gráfico representativo da variação da composição química ao longo da interface.

Analisando as imagens, verificou-se que as camadas Z1 e Z2 apresentaram a mesma composição que as camadas da ligação dissimilar TiAl/Ti6Al4V. A única diferença observada foi que para este caso, a espessura de cada uma das camadas foi cerca de metade das zonas Z1 e Z2 da ligação TiAl/Ti6Al4V. As zonas Z3 e Z4

também apresentaram uma composição química muito semelhante à ligação anteriormente processada. A camada adjacente ao substrato de TiNi (zona Z5) apresentou uma tonalidade intermédia comparativamente à Z4 (mais escura) e ao substrato de TiNi (mais claro). Foi em Z6 que se observou a tonalidade mais clara de todas as zonas analisadas, uma vez que esta foi a zona onde o teor de Ni foi máximo. O constituinte analisado nesta zona encontra-se disperso ao longo de toda a interface, mais propriamente entre a zona Z5 e o substrato de TiNi, como indicado na figura 43. As zonas mais claras nas imagens obtidas por SEM correspondem a zonas onde o número atómico dos elementos presentes é mais elevado, tal como acontece com o Ni (Z= 28) em relação ao Ti (Z= 22) e ao Al (Z= 12).

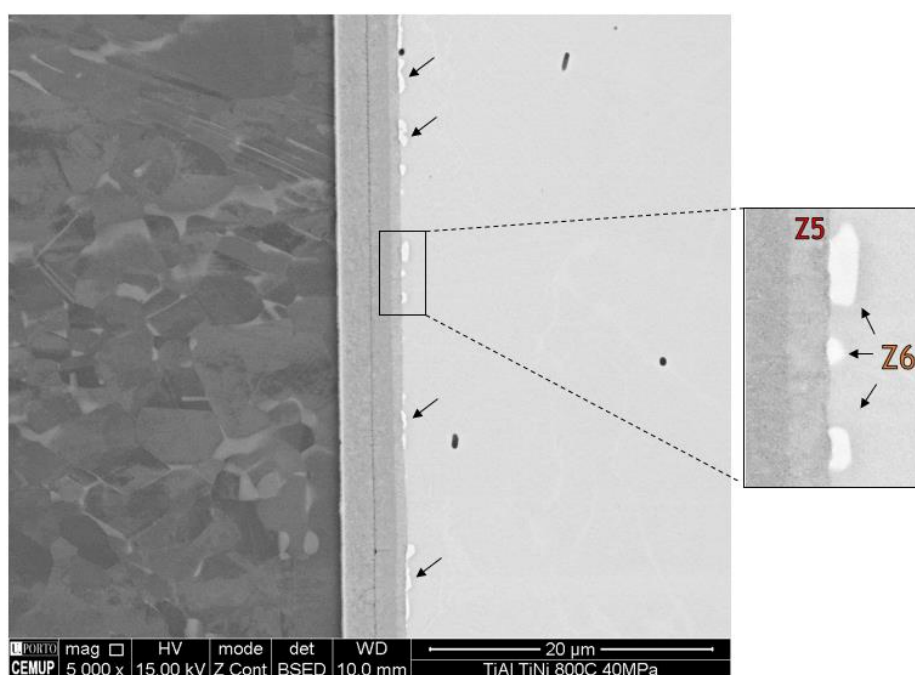


Figura 43 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/TiNi realizada a 800 °C/40 MPa/60 min, onde se observa o constituinte analisado em Z6 ao longo da interface.

Analisando o gráfico da figura 42b, verifica-se que há um fluxo de átomos de Ti dos substratos (TiAl e TiNi) para o centro da interface. Conferiu-se que o teor de Ni aumenta gradualmente da liga TiAl para a TiNi. Por sua vez o Al presente ao longo da interface foi diminuindo da esquerda para a direita, com a exceção das camadas Z3 e Z4 nas quais se mediu um teor máximo deste elemento. Para este caso o teor de vanádio medido nas camadas Z3, Z4 e Z5 pode ser explicado apenas pela razão das multicamadas reativas Ni/Al terem uma pequena percentagem deste elemento na sua composição, já que este elemento não está presente nos materiais de base. Este elemento foi usado no processo de produção destas multicamadas, de modo a tornar o processo de deposição mais estável.

Tal como na ligação dissimilar anteriormente abordada, foi utilizado um diagrama de equilíbrio ternário (figura 44a) em conjunto com a técnica de EDS, para proceder à identificação das fases presentes em cada zona analisada. As fases que foram identificadas por este método estão compiladas na tabela da figura 44b. Para esta ligação pressupõe-se também que as camadas **Z1** e **Z2** são bifásicas e que são formadas pelas fases $\text{TiNi}_2\text{Al} + \text{Ti}_3\text{Al}$ e $\text{TiNi}_2\text{Al} + \text{Ti}_2\text{Ni}$, respetivamente. As camadas **Z3** e **Z4** são bifásicas, e são formadas pelas fases $(\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{NiAl}$. O excesso de Ni presente reagiu com NiAl formando a fase (Ni_3Al) . Constatou-se que as fases identificadas nestas 4 camadas foram as mesmas para o caso da ligação dissimilar TiAl/Ti6Al4V. O ponto no diagrama correspondente à composição da zona **Z5** situa-se no domínio $\text{TiNi}_2\text{Al} + (\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{TiNi}$, contudo presumiu-se que a sua composição seja $(\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{TiNi}$ pelo facto de o ponto marcado estar distante da fase TiNi_2Al . O constituinte claro detetado na zona **Z6** encontra-se marcado no domínio bifásico $\text{TiNi}_3 + \text{TiNi}$, apesar disto pela análise das imagens este constituinte aparenta ser monofásico. Esta discrepância poderá ser explicada pela interação das zonas em redor da área analisada por EDS. Pelo facto de a zona marcada no diagrama estar muito próxima de TiNi_3 , considerou-se que a composição real do constituinte é TiNi_3 .

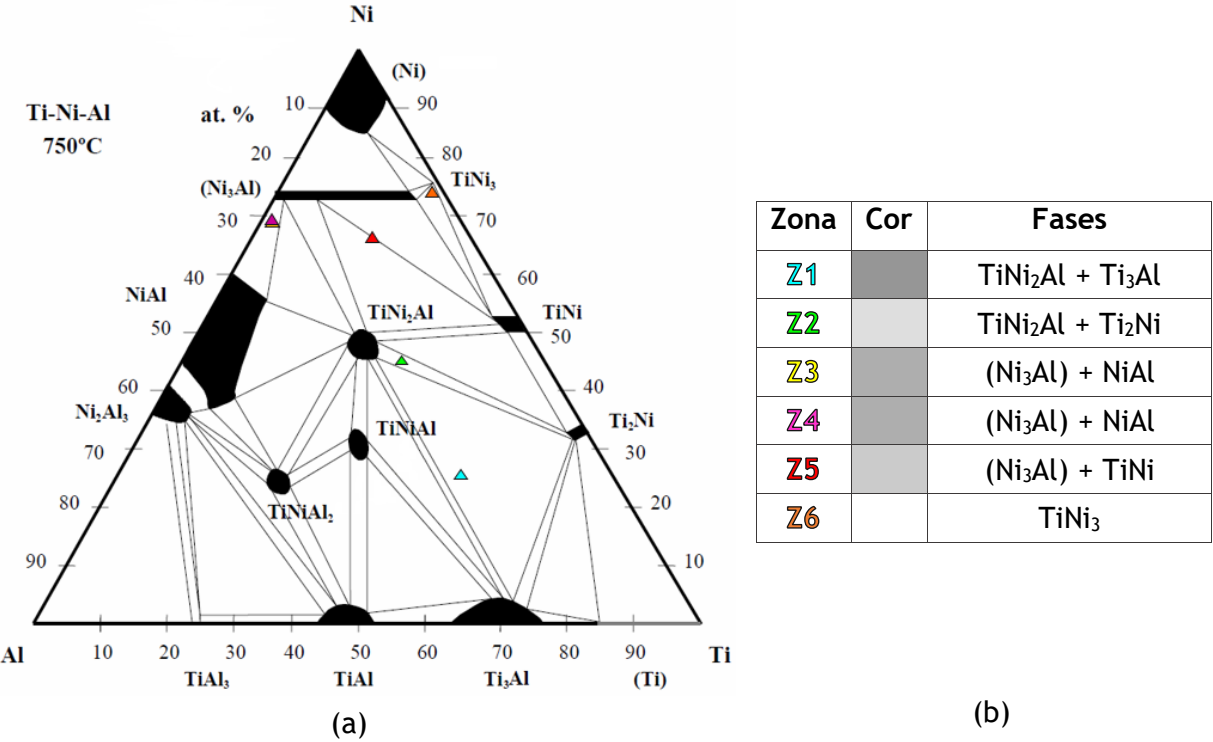


Figura 44 - (a) Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Ni-Al a 750 °C, onde são indicadas as composições das zonas analisadas por EDS [50]; (b) Tabela com as fases identificadas, obtida com a conjugação do diagrama ternário e resultados obtidos por EDS. (Ligação TiAl/TiNi).

Durante o processamento da ligação formaram-se zonas (Z6) perto da interface em que a concentração de Ni foi muito elevada (3x superior à do Ti). Este excesso de Ni fez com que a probabilidade de se formar a fase $TiNi_3$ nestas zonas fosse muito elevada. Este composto intermetálico é frágil, e é caracterizado por provocar uma diminuição da resistência mecânica da junta quando presente. Deste modo, a difusão dos elementos Ni e Ti ao longo da interface parece controlar o mecanismo de ligação e a formação das fases identificadas.

Para avaliar as propriedades mecânicas desta ligação, foram também realizados perfis de dureza. A média do perfil de durezas ao longo da ligação dissimilar de TiAl e TiNi é apresentada na figura 45. O valor de dureza máximo obtido foi de 820 ± 32 HV0,01 no ponto d (na interface), apresentando uma diminuição de 97 HV0,01 em relação à ligação TiAl/Ti6Al4V. Na figura 46, é apresentada uma ampliação de um dos perfis de dureza realizados.

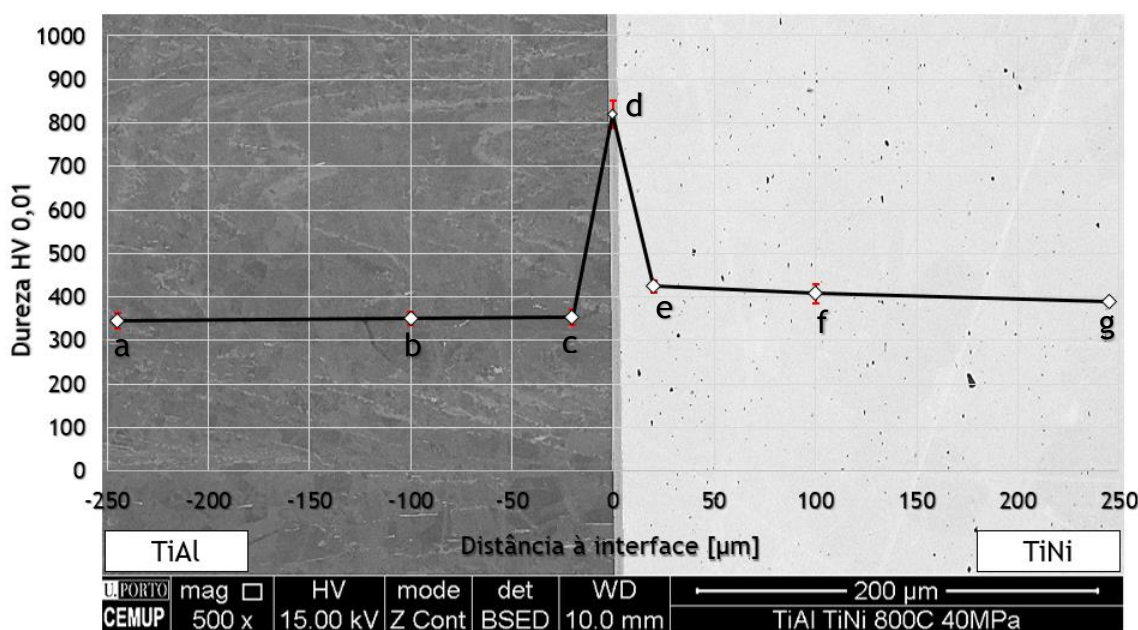


Figura 45 - Imagem obtida por SEM da ligação TiAl/Ti6Al4V com a variação da microdureza Vickers.

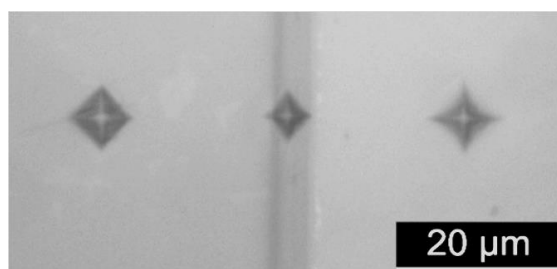


Figura 46 - Imagem obtida por MO das Indentações efetuadas (c,d,e) ao longo do substrato TiAl, interface e TiNi.

4.3. Ligações dissimilares de TiNi e Ti6Al4V

Por fim, realizou-se a ligação dissimilar Ti6Al4V/TiNi a 800 °C, durante o tempo de estágio de 60 minutos, aplicando uma pressão de 20 MPa. Na figura 47 pode-se observar a secção transversal da ligação para as condições de processamento de 800 °C/20 MPa/60 min.

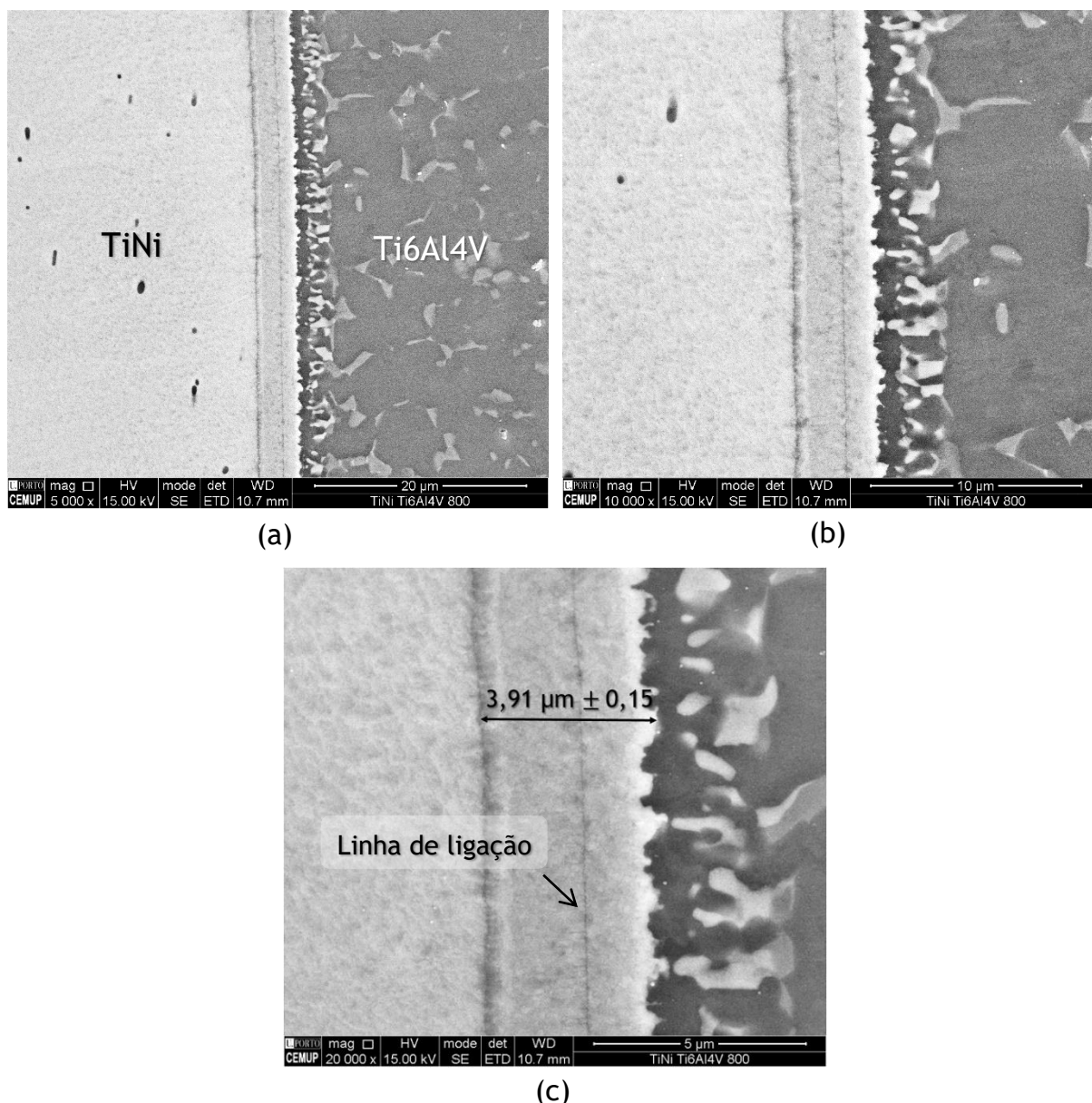


Figura 47 - Imagens obtidas por SEM da ligação TiNi/Ti6Al4V realizada a 800 °C/20 MPa/60 min.

Pela análise das imagens apresentadas em cima constata-se que a ligação foi realizada com sucesso. A interface obtida encontra-se aparentemente isenta de defeitos como porosidades e fissuras, contudo a linha de ligação continua bastante perceptível. A interface desta ligação apresenta uma espessura muito fina de cerca de $3,91 \mu\text{m} \pm 0,15$, que pode ser dividida em quatro camadas distintas.

Estas camadas estão identificadas na figura 48 e foram designadas por: Z1, Z2, Z3 e Z4, desde o substrato TiNi até ao substrato Ti6Al4V, estando ainda assinalados mais dois constituintes já no domínio da liga Ti6Al4V (Z5 e Z6). A tabela e o gráfico da figura 50 indicam a composição química em percentagem atômica destas diferentes zonas analisadas.

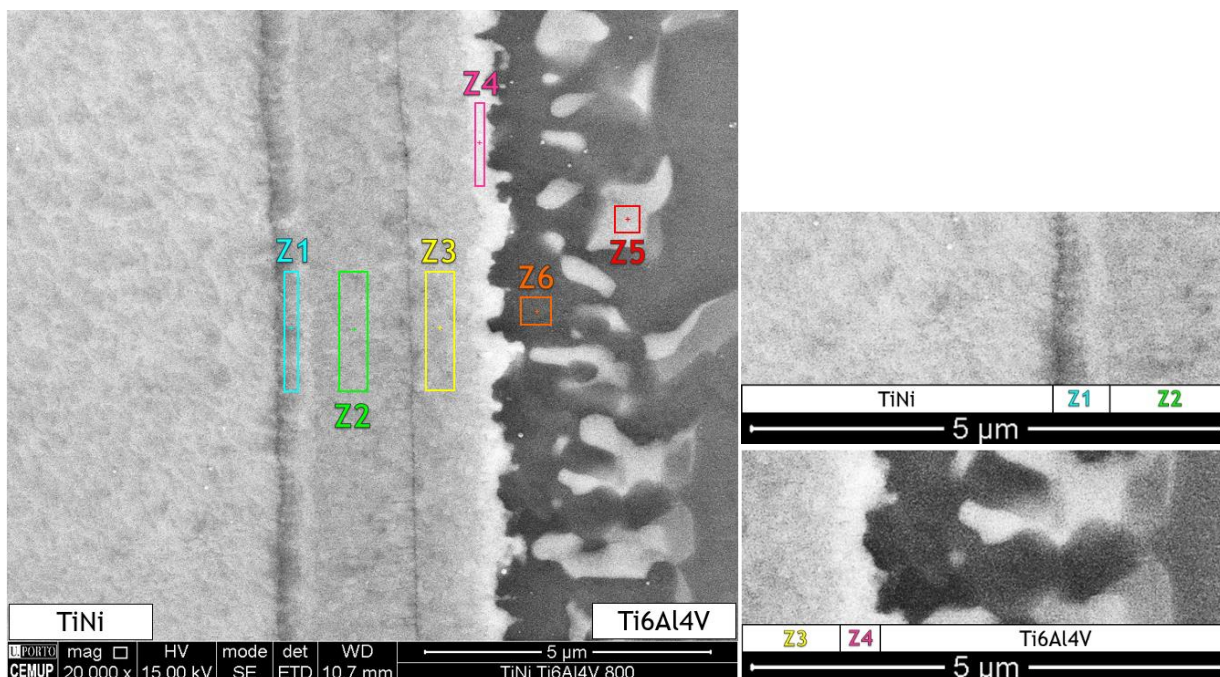


Figura 48 - Imagem obtida por SEM da ligação TiNi/Ti6Al4V realizada a 800 °C/20 MPa/60 min, com as várias zonas analisadas por EDS.

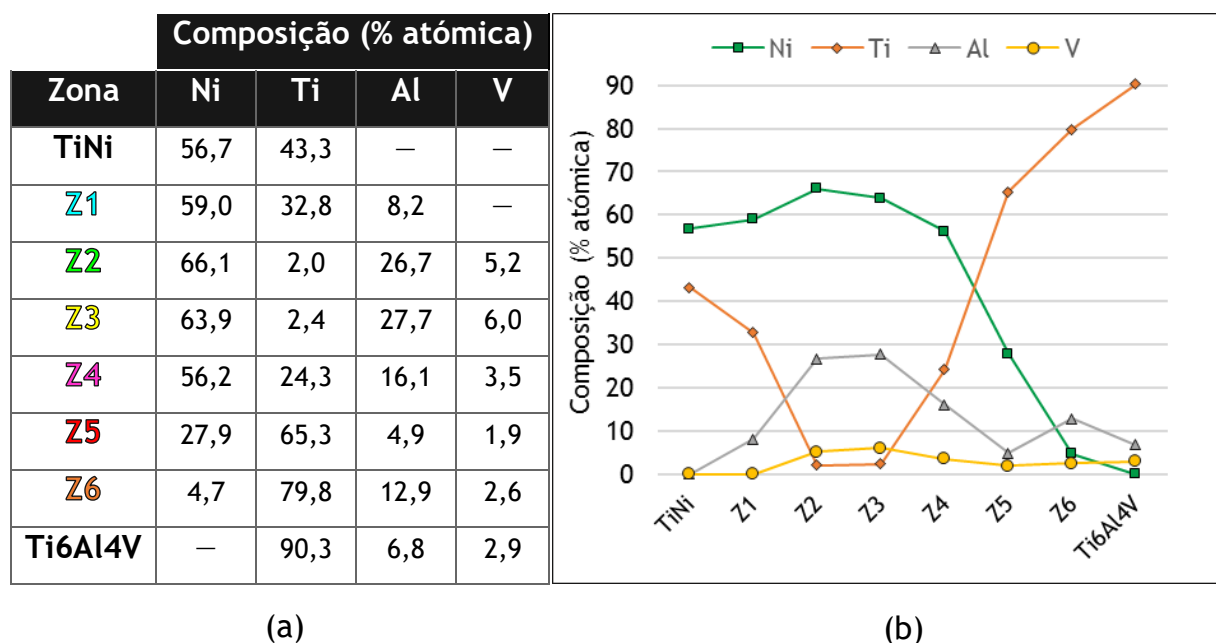


Figura 49 - (a) Tabela com a composição química (% atômica) da interface TiNi/Ti6Al4V determinada por EDS; (b) Gráfico representativo da variação da composição química ao longo da interface.

Através dos resultados apresentados no gráfico da figura 49b, verificou-se que houve um fluxo de átomos de Ti dos dois substratos (TiNi e Ti6Al4V) para o centro da interface. Tal como esperado o teor de Ni foi diminuindo à medida que nos aproximamos do substrato de Ti6Al4V. O teor de Ni e de Al foi máximo no centro da interface (Z2 e Z3).

Para identificar as fases presentes em cada zona analisada foi também utilizado um diagrama de equilíbrio ternário (figura 50a) em conjunto com a técnica de EDS. As fases identificadas encontram-se apresentadas na tabela da figura 51b. Com base nestes resultados a presença das fases TiNi + (Ni₃Al) foi identificada na zona Z1. Tal como nas ligações anteriormente abordadas, a zona mais central da interface (Z2 e Z3) também é composta pelas fases (Ni₃Al) + NiAl. A zona Z4, correspondente à zona adjacente à liga Ti6Al4V, foi assinalada no domínio trifásico TiNi₂Al + (Ni₃Al) + TiNi. Pressupôs-se então que fosse essa a sua composição. Finalmente identificaram-se as zonas Z5 e Z6, tendo-se verificado que as fases presentes em cada zona foram respetivamente Ti₂Ni + Ti₃Al e Ti₂Ni + αTi.

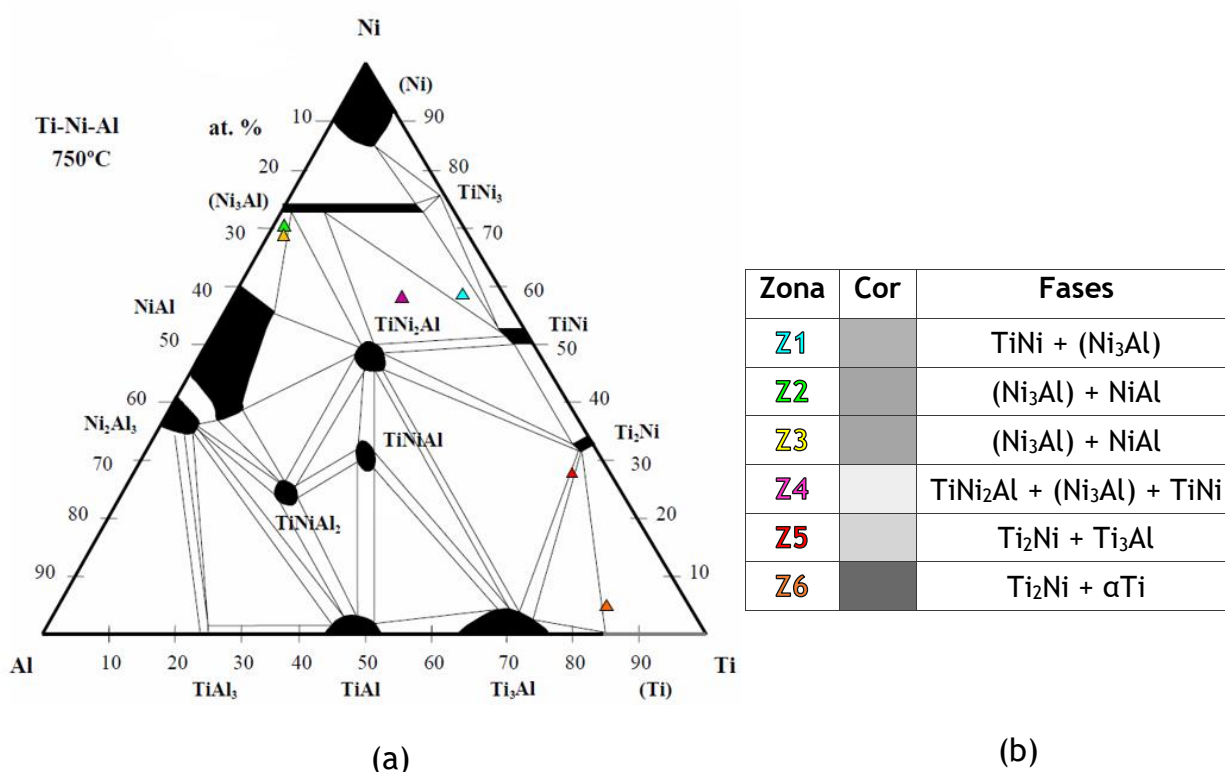


Figura 50 - (a) Secção do diagrama de equilíbrio ternário Ti-Ni-Al a 750 °C, onde são indicadas as composições das zonas analisadas por EDS [50]; (b) Tabela com as fases identificadas, obtida com a conjugação do diagrama ternário e resultados obtidos por EDS. (Ligação TiNi/Ti6Al4V).

Já foi reportada com sucesso a ligação dissimilar entre as ligas de titânio de TiNi e Ti6Al4V, recorrendo ao uso de multicamadas de Ni/Ti [30]. A principal diferença entre o uso de multicamadas de Ni/Ti e Ni/Al (para condições de processamento semelhantes) foi no número de camadas de reação observadas. De acordo com os resultados obtidos utilizando multicamadas Ni/Al formaram-se 4 camadas de reação na interface, sendo que na ligação realizada com as multicamadas Ni/Ti se observaram 6 camadas de reação.

Na tabela 7 encontra-se um quadro resumo das ligações que foram realizadas durante este trabalho, assim como das condições de processamento e os resultados obtidos. Estas ligações dissimilares foram efetuadas com condições de processamento mais baixas que as reportadas na bibliografia consultada.

Tabela 7 - Quadro resumo das ligações dissimilares processadas neste trabalho.

| Ligações | Período da multicamada | Condições de processamento | Resultado |
|----------------|------------------------|----------------------------|---|
| TiAl / Ti6Al4V | Ni/Al - 25 nm | 800 °C/20 MPa/60 min | Não ligou. |
| | | 800 °C/40 MPa/60 min | Ligou. |
| | | 800 °C/40 MPa/180 min | Não ligou, ocorreu deformação dos substratos. |
| TiAl / TiNi | Ni/Al - 25 nm | 800 °C/20 MPa/60 min | Não ligou. |
| | | 800 °C/40 MPa/60 min | Ligou, apresentando pequenas fissuras e porosidade. |
| TiNi / Ti6Al4V | Ni/Al - 25 nm | 800 °C/20 MPa/60 min | Ligou. |

Em suma, constatou-se que a utilização do sistema de multicamadas Ni/Al no processo de ligação por difusão entre as ligas de titânio estudadas foi benéfico, visto que se obteve ligações sem a presença de defeitos, com a exceção da ligação TiAl/TiNi. Esta ligação apresentou pequenas fissuras e porosidade perto da linha de ligação. Para a ligação TiAl/Ti6Al4V os melhores resultados foram obtidos para as condições de 800 °C/40 MPa/60 min. A ligação TiNi/Ti6Al4V apresentou uma interface isenta de defeitos para as condições de 800 °C/20 MPa/60 min.

5. Conclusões

O objetivo principal desta dissertação visou estudar o processo de ligação por difusão no estado sólido entre as ligas TiAl, Ti6Al4V e TiNi. Com este trabalho pretendia-se realizar a ligação dissimilar entre estas ligas de titânio, utilizando condições de processamento menos exigentes do que as utilizadas em ligações convencionais. Para tal, foram utilizadas multicamadas reativas de Ni/Al para melhorar a difusividade da interface e servirem como fonte de calor localizada. As principais conclusões que podem ser retiradas deste estudo são:

- Com a utilização de multicamadas Ni/Al, as interfaces obtidas por este processo apresentam microestruturas e composições químicas diferentes dos substratos;
- Os substratos não sofreram alterações microestruturais consideráveis, contudo no caso das ligações TiAl/Ti6Al4V e TiNi/Ti6Al4V a microestrutura do substrato Ti6Al4V sofreu alterações perto da interface devido à difusão de níquel proveniente da multicamada;
- Constatou-se que as interfaces são compostas essencialmente por titânio, níquel e alumínio;
- Verificou-se um fluxo de átomos de Ti provenientes das ligas para o centro da interface;
- Para todas as ligações a zona mais central da interface é composta pelas fases (Ni₃Al) + NiAl;
- Em todas as ligações a linha de ligação é claramente visível.

Nas ligações dissimilares entre **TiAl** e **Ti6Al4V** pode-se concluir que:

- A ligação realizada nas condições de processamento de 800 °C/40 MPa/60 min, apresenta uma interface isenta de defeitos;
- A espessura da interface foi de 5,38 µm ± 0,05;
- O aumento do nível de pressão de 20 para 40 MPa favorece a ligação;
- A interface é composta por 5 camadas de reação;
- As duas camadas adjacentes à liga TiAl são compostas por TiNi₂Al + Ti₃Al e TiNi₂Al + Ti₂Ni respetivamente. A camada adjacente à liga Ti6Al4V é constituída por TiNi₂Al + (Ni₃Al) + TiNi.

Nas ligações dissimilares entre **TiAl** e **TiNi** pode-se concluir que:

- Os melhores resultados foram obtidos para ligação realizada nas condições de processamento de 800 °C/40 MPa/60 min, contudo verificou-se a presença de porosidades e algumas fissuras na interface;
- A espessura da interface foi de $4,56 \mu\text{m} \pm 0,04$;
- O aumento do nível de pressão de 20 para 40 MPa também favorece a ligação;
- A interface é composta por 5 camadas de reação;
- As duas camadas adjacentes à liga TiAl também são compostas pelas fases bifásicas $\text{TiNi}_2\text{Al} + \text{Ti}_3\text{Al}$ e $\text{TiNi}_2\text{Al} + \text{Ti}_2\text{Ni}$ respetivamente. A camada adjacente à liga TiNi é constituída por $(\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{TiNi}$.

Por fim, nas ligações dissimilares entre **Ti6Al4V** e **TiNi** pode-se concluir que:

- A ligação realizada nas condições de processamento de 800 °C/20 MPa/60 min, apresenta uma interface isenta de defeitos;
- A espessura da interface foi de $3,91 \mu\text{m} \pm 0,15$;
- A interface é composta por 4 camadas de reação;
- Verificou-se que a camada adjacente à liga de TiNi é composta pelas fases $(\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{TiNi}$. A camada adjacente à liga Ti6Al4V é constituída por $\text{TiNi}_2\text{Al} + (\text{Ni}_3\text{Al}) + \text{TiNi}$.

5.1. Trabalhos futuros

No seguimento do trabalho realizado nesta dissertação, para além dos ensaios de dureza poderiam ser realizados ensaios de corte de forma a complementar a caracterização mecânica. A realização de ensaios de corte permitiria avaliar a resistência mecânica da ligação.

As ligações foram processadas à temperatura de 800 °C, com tempos de estágio relativamente longos (60 e 180 minutos). Em trabalhos futuros poder-se-ia testar temperaturas e tempos de estágio mais baixos, e verificar se iriam ocorrer alterações consideráveis na composição química e microestrutura das interfaces obtidas.

Referências Bibliográficas

- [1] C. Leyens and M. Peters, *Titanium and Titanium Alloys*. Wiley-Vch, 2003.
- [2] S. Simões, F. Viana, A. S. Ramos, M. T. Vieira, and M. F. Vieira, “TEM and HRTEM Characterization of TiAl Diffusion Bonds Using Ni/Al Nanolayers” *Microscopy and Microanalysis*, vol. 21, no. 1, pp. 132-9, 2015.
- [3] S. Simões, F. Viana, and M. F. Vieira, “Reactive commercial Ni/Al nanolayers for joining lightweight alloys,” *Materials Engineering and Performance*, vol. 23, no. 5, pp. 1536-1543, 2014.
- [4] S. Simões, “Ligação por difusão no estado sólido de aluminetos de titânio revestidos com filmes finos multicamada,” Tese doutoramento, FEUP, 2010.
- [5] S. Simões, F. Viana, and A. S. Ramos, “Microstructure evolution during Ni/Al multilayer reactions,” *Instrumentation*, vol. 1, pp. 487-488, 2008.
- [6] D. Brandon and W. Kaplan, *Joining Processes: An Introduction*. 1997.
- [7] A. Guedes, “Ligação de uma liga γ -TiAl por brasagem por difusão,” Tese de doutoramento, Universidade do Minho - Escola de Engenharia, 2004.
- [8] M. Schwartz, *ASM Handbook - vol 6, Welding, Brazing and Soldering*. ASM international, 1993.
- [9] R. Shiue, S. Wu, Y. Chen, and C. Shiue, “Infrared brazing of TiAl and Ti6Al4V using two Ti-based filler metals,” *Intermetallics*, vol. 16, pp. 1083-1089, 2008.
- [10] F. Costa, A. Vieira, A. Guedes, S. Simões, and F. Viana, “Diffusion Brazing of Ti6Al4V and γ -TiAl alloy with Al/Cu multifoils fillers,” *Microscopy Society of America*, vol. 21, no. 6, pp. 124-125, 2015.
- [11] R. Shiue, S. Wu, and Y. Chen, “Strong bonding of infrared brazed α_2 -Ti₃Al and Ti6Al4V using Ti-Cu-Ni fillers,” *Intermetallics*, vol. 18, no. 1, pp. 107-114, 2009.
- [12] A. Soares, “Brasagem de ligas de TiAl com uma Liga de Ti revestida com Ag e Cu,” Tese mestrado, FEUP, 2016.
- [13] D. Rodrigues, A. Loureiro, and R. Leal, “Soldadura por Fricção Linear,” Universidade de Coimbra (DEM), 2009.
- [14] R. W. Messler, *Joining of Materials and Structures - From Pragmatic Process to Enabling Technology*. Elsevier, 2004.

- [15] A. S. Ramos, M. T. Vieira, M. F. Vieira, and F. Viana, "Joining of gamma-based titanium aluminides - A review," *Advanced Materials Forum*, vol. 514-516, pp. 483-489, 2006.
- [16] V. Ventzke, H. Brokmeier, P. Merhof, and M. Koçak, "Microstructural characterization of friction welded TiAl-Ti6Al4V hybrid joints," *Solid State Phenomena*, vol. 160, pp. 319-326, 2010.
- [17] S. Fukumoto, T. Inoue, S. Mizuno, K. Okita, T. Tomita, and A. Yamamoto, "Friction welding of TiNi alloy to stainless steel using Ni interlayer," *Science Technology of Welding and Joining*, vol. 15, no. Dez, pp. 124-130, 2013.
- [18] A. Shirzadi and E. Wallach, "New method to diffusion bond superalloys," *Science Technology of Welding and Joining*, vol. 9, no. 1, pp. 37-40, 2004.
- [19] F. Viana, S. Simões, and M. Vieira, "Processos de ligação no estado sólido - Tecnologias de Ligação," 2014, p. 115.
- [20] A. Marques, "Caraterização de multicamadas reativas e a sua aplicação na ligação por difusão no estado sólido," Tese Mestrado, FEUP, 2016.
- [21] M. Holmquist, V. Recina, J. Ockborn, B. Pettersson, and E. Zumalde, "Hot isostatic diffusion bonding of titanium alloy Ti-6Al-4V to gamma titanium aluminide IHI Alloy 01A," *Scripta Materererialia*, vol. 39, no. 8, pp. 1101-1106, 1998.
- [22] X. Wang, M. Ma, X. Liu, X. Wu, C. Tan, R. Shi and J. Lin, "Diffusion bonding of γ -TiAl alloy to Ti-6Al-4V alloy under hot pressure," *Transactions of Nonferrous Metals Socciety of China*, vol. 16, no. 5, pp. 1059-1063, 2006.
- [23] G. Çam, U. Özdemir, V. Ventzke, and M. Koçak, "Microstructural and mechanical characterization of diffusion bonded hybrid joints," *Materials Science*, 2008.
- [24] W. Glatz and H. Clemens, "Diffusion bonding of intermetallic Ti-47Al-2Cr-0,2Si sheet material and mechanical properties of joints at room temperature and elevated temperatures," *Intermetallics*, vol. 9795, no. 97, pp. 415-423, 1997.
- [25] Z. Xue, Q. Yang, L. Gu, X. Hao, Y. Ren, and Y. Geng, "Diffusion bonding of TiAl based alloy to Ti-6Al-4V alloy using amorphous interlayer," vol. 45, no. 1, pp. 40-46, 2015.
- [26] Rusnaldy, "Diffusion bonding: an advanced of material process," *Rotasi*, vol. 3, pp. 23-27, 2001.

- [27] J. Wilden, S. Jahn, and W. Beck, “Some examples of current diffusion bonding applications,” no. 4, pp. 349-352, 2008.
- [28] L. Hefti, “Innovations in the Superplastic Forming and Diffusion Bonded Process,” vol. 17, no. April, pp. 178-182, 2008.
- [29] L. Hefti, “Fine-Grain Titanium 6Al-4V for Superplastic Forming and Diffusion Bonding Of Aerospace Products,” *Aerospace Alloys*, vol. 62, no. 5, pp. 42-45, 2010.
- [30] S. Simões, F. Viana, A. S. Ramos, M. T. Vieira, and M. F. Vieira, “Reaction zone formed during diffusion bonding of TiNi to Ti6Al4V using Ni/Ti nanolayers,” *Materials Science*, vol. 48, no. 21, pp. 7718-7727, 2013.
- [31] L. I. Duarte, A. S. Ramos, M. F. Vieira, F. Viana, M. T. Vieira, and M. Koçak, “Solid-state diffusion bonding of gamma-TiAl alloys using Ti/Al thin films as interlayers,” *Intermetallics*, vol. 14, no. 10-11, pp. 1151-1156, 2006.
- [32] A. Carvalho, “Ni/Ti reactive multilayers for joining,” Tese de mestrado, Universidade de Coimbra, Departamento de Engenharia Mecânica, 2014.
- [33] S. Barron, R. Knepper, N. Walker, and T. Weihs, “Characterization of self-propagating formation reactions in Ni/Zr multilayered foils using reaction heats, velocities,” *Applied Physics*, vol. 109, no. January 2011, pp. 1-10, 2011.
- [34] S. Simões, F. Viana, V. Ventzke, M. Koçak, A. S. Ramos, and M. T. Vieira, “Joining of TiAl alloys using Ni/Al multilayers,” *Microscopy and Microanalysis*, vol. 15, no. supp .3, pp. 73-74, 2009.
- [35] D. Wilcox, L. Griffing, and C. Jackson, *Welding Handbook*. 1971.
- [36] K. Raic, R. Rudolf, A. Todorovi, and I. Anžel, “Multilayered nano-foils for low-temperature metal-ceramic joining,” *Metallurgija - Journal of Metallurgy*, vol. 14, no. 2, pp. 143-153, 2008.
- [37] S. Simões, F. Viana, A. S. Ramos, M. T. Vieira, and M. F. Vieira, “Reaction-assisted diffusion bonding of TiAl alloy to steel,” *Materials Chemistry and Physics*, vol. 171, pp. 73-82, 2016.
- [38] S. Simões, F. Viana, A. Sofia Ramos, M. Teresa Vieira, and M. F. Vieira, “Microstructural Characterization of Diffusion Bonds Assisted by Ni/Ti Nanolayers,” *Materials Engineering and Performance*, vol. 25, no. 8, pp. 3245-3251, 2016.

- [39] A. J. Cavaleiro, R. J. Santos, A. S. Ramos, and M. T. F. Vieira, “In-situ thermal evolution of Ni/Ti multilayer thin films,” *Intermetallics*, vol. 51, pp. 11-17, 2014.
- [40] S. Simões, F. Viana, V. Ventzke, M. Koçak, A. S. Ramos, and M. T. Vieira, “Diffusion bonding of TiAl using Ni/Al multilayers,” *Materials Science*, vol. 45, no. 16, pp. 4351-4357, 2010.
- [41] G. Çam and M. Koçak, “Diffusion bonding of investment cast γ -TiAl,” *Materials Science*, no. 34, pp. 3345-3354, 1999.
- [42] G. Çam, G. Ipekoglu, K. Bohm, and M. Koçak, “Investigation into the microstructure and mechanical properties of diffusion bonded TiAl alloys,” *Materials Science*, pp. 5273-5282, 2006.
- [43] L. Carlos, “Ligações por difusão no estado sólido de ligas de titânio com multicamadas Ti/Ni,” Tese de mestrado, FEUP, 2012.
- [44] T. Materials and I. Company, *ASM Handbook - Metallography and Microstructures*, vol. 9. 2004.
- [45] A. Jerónimo, “Ligações por difusão com multicamadas reativas,” Tese de mestrado, FEUP, 2012.
- [46] B. Dedavid, C. Gomes, and G. Machado, “Microscopia Eletrónica de Varrimento - Aplicações e preparação de amostras,” Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, 2007.
- [47] A. Monteiro, “Técnicas de Caracterização de Revestimentos,” Universidade do Minho, 2005.
- [48] W. Zhou, R. Apkarian, and Z. Wang, “Fundamentals of Scanning Electron Microscopy,” in *Scanning Microscopy for Nanotechnology*, 2006, pp. 1-40.
- [49] B. Hafner, “Energy Dispersive Spectroscopy on the SEM: A Primer.” Characterization Facility, University of Minnesota.
- [50] P. Villars, A. Prince, and H. Okamoto, *Handbook of Ternary Alloy Phase Diagrams*. ASM international, 1995.
- [51] L. Tretyachenko, *Selected Systems from Al-Si-Ti to Ni-Si-Ti*. Landolt-Börnstein, 2006.
- [52] J. Kwak, S. Mohny, J. Lin, and R. Kern, “Low resistance Al/Ti/n-GaN ohmic contacts with improved surface morphology and thermal stability,” *Semiconductor Science and Technology*, vol. 15, no. 7, p. 756, 2000.